

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Daniel Pustički

Zagreb 2016.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Voditelj rada:

Dr. sc. Zdravko Schauperl

Student:

Daniel Pustički

Zagreb 2016.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja i iskustva stečena tijekom studija, kao i navedenu literaturu i Internet.

Ovom prilikom bih želio zahvaliti:

Voditelju rada prof. dr.sc. Zdravku Schauperlu na ukazanom povjerenju i podršci prilikom pisanja rada.

Kolegici mag.ing. Mateji Šnajdar Musa na vođenju, stručnim savjetima i velikoj pomoći kako pri izradi, tako i pri pisanju završnog rada.

Posebno bih želio zahvaliti svojim roditeljima, sestri, djedu i baki, kao i cijeloj obitelji i prijateljima na razumijevanju, pomoći i potpori tijekom cijelog školovanja.



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Daniel Pustički**

Mat. br.: 0035187999

Naslov rada na
hrvatskom jeziku: **Utjecaj ECAP postupka na mikrostrukturu Al legura**

Naslov rada na
engleskom jeziku: **Influence of ECAP on Al – alloy microstructure**

Opis zadatka:

Značaj utjecaja veličine zrna na mehanička svojstva metala je dobro poznat. Stoga su intenzivna istraživanja usmjerena na postupke i tehnologije usitnjavanja zrna metala kako bi im se značajno poboljšala mehanička svojstva. Jedan od postupaka obrade metala kojim je moguće dobiti izuzetno sitno zrno je ECAP (Equal Channel Angular Pressing).

U teoretskom dijelu rada potrebno je opisati ECAP postupak, te analizirati postojeće stanje na području obrade metala tim postupkom. Potrebno je navesti tipične primjere primjene tog postupka i korištene parametre.

U eksperimentalnom dijelu rada potrebno je izabrati Al leguru na kojoj će se provesti ECAP postupak, te pristupiti obradi te legure. Suvremenim metodama karakterizacije materijala potrebno je karakterizirati dobivene mikrostrukture Al legure te ispitati osnovna mehanička svojstva.

Na temelju dobivenih rezultata potrebno je donijeti zaključke o utjecaju ECAPa i korištenih parametara na mikrostrukturu a time i na svojstva obrađivane Al legure.

Zadatak zadan:

25. studenog 2015.

Rok predaje rada:

1. rok: 25. veljače 2016.

2. rok (izvanredni): 20. lipnja 2016.

3. rok: 17. rujna 2016.

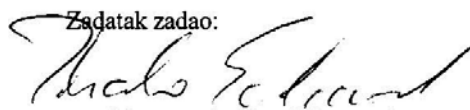
Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 29.2., 02. i 03.03. 2016.

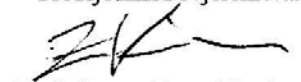
2. rok (izvanredni): 30. 06. 2016.

3. rok: 19., 20. i 21. 09. 2016.

Zadatak zadao:


Prof.dr.sc. Zdravko Schauperl

Predsjednik Povjerenstva:


Prof. dr. sc. Zoran Kunica

Sadržaj

Sadržaj	2
Popis slika	3
Popis tablica	4
Popis oznaka	4
Sažetak.....	5
1.) Uvod	6
2.) SPD tehnologija i postupci.....	7
2.1) Općenito o SPD.....	7
2.2) Vrste SPD postupaka	7
2.3) SPD postupci.....	8
2.3.1) Trenutno stanje na području istraživanja	8
2.3.2) Primjena SPD tehnologije.....	9
3.) Općenito o ECAP postupku	12
3.1) Teorijske osnove ECAP-a	12
3.2.) Svojstva materijala podvrgnutih ECAP-u.....	15
3.2.1) Struktura.....	15
3.2.2) Mehanička svojstva	16
4.) Razvoj ECAP tehnologije.....	18
4.1) Prednosti ECAP tehnologije.....	20
5.) Eksperimentalni dio.....	21
5.1) Priprema uzorka	21
5.1.1) Prvo provlačenje.....	24
5.1.2) Drugo provlačenje	26
5.1.3) Treće provlačenje	28
5.2) Analiza mikrostrukture.....	29
5.3) Analiza mikrostrukture.....	33
5.4) Ispitivanje mehaničkih svojstava.....	37
5.4.1) Tvrdća	37
5.4.2) Žilavost	40
6.) Zaključak.....	43
7.) Reference	44

Popis slika

SLIKA 1. ZAKOVICA OD AL6061 DOBIVENA SPD TEHNOLOGIJOM	9
SLIKA 2. „SPUTTERING TARGETS“- DIJELOVI OPREME ZA ELEKTROINDUSTRIJU OD BAKRA I ALUMINIJA	9
SLIKA 3. DIO KONSTRUKCIJE ZRAKOPLOVA OD TITAN LEGURE PODVRGNUTE SPD-U	10
SLIKA 4. SPD POSTUPKOM OBRAĐENI VIJCI OD TITANA	10
SLIKA 5. PRIMJENA U MEDICINI- TITANSKE PERFORIRANE TRAKE	11
SLIKA 6. SPD POSTUPKOM OBRAĐENE ŠIPKE PRIMIJENJENE U MEDICINI	11
SLIKA 7. VIJCI PRIMIJENJENI U DENTALNOJ MEDICINI IZRAĐENI ECAP-OM	11
SLIKA 8. PRIKAZ ECAP POSTUPKA	12
SLIKA 9. PRIMJER BP ECAP-A	13
SLIKA 10. RAZLIČITE RUTE ZAKRETANJA UZORKA PRI ECAP-U	14
SLIKA 11. PROMJENA VELIČINE ZRNA U AL-7034 LEGURI USLIJED ECAP-IRANJA	15
SLIKA 12. PROMJENA TVRDOĆE ALUMINIJA OVISNO O BROJU PROVLAČENJA ECAP-OM	16
SLIKA 13. DIJAGRAM NAPREZANJE-ISTEZANJE ALUMINIJEVE LEGURE S OBZIROM NA BROJ PROLAZA KOD ECAP-A	17
SLIKA 14. DIJAGRAM NAPREZANJE-ISTEZANJE ČISTOG ALUMINIJA S OBZIROM NA BROJ PROLAZA KOD ECAP-A	17
SLIKA 15. PRIMJENA ECAP TEHNOLOGIJE U METALURGIJI PRAHA	19
SLIKA 16. VIŠESTUPANJSKI ECAP POSTUPAK	20
SLIKA 17. PREŠA	21
SLIKA 18. SREDSTVO ZA PODMAZIVANJE	22
SLIKA 19. NEPROVUČENI UZORCI	22
SLIKA 20. OTVORENI ECAP KALUP	23
SLIKA 21. ZATVORENI ECAP KALUP	23
SLIKA 22. ŽIG	24
SLIKA 23. UZORAK U KALUPU NAKON PRVOG PROLAZA	25
SLIKA 24. IZGLED UZORKA NAKON PRVOG PROLAZA	25
SLIKA 25. UZORCI NAKON PRVOG PROLAZA	26
SLIKA 26. UZORCI PRIJE DRUGOG PROLAZA	27
SLIKA 27. POSTAVLJANI UZORAK ZAKRENUT PO B_c RUTI U KALUPU	27
SLIKA 28. UZORCI NAKON DRUGOG PROLAZA	28
SLIKA 29. UZORCI NAKON TREĆEG PROLAZA	28
SLIKA 30. IZREZANI UZORCI	29
SLIKA 31. ZALIVENI UZORAK	30
SLIKA 32. PRIPREMLJENI I NAGRIŽENI UZORCI	32
SLIKA 33. SVJETLOSNI MIKROSKOP	33
SLIKA 34. POPREČNI PRESJEK JEDNOM PROVUČENOG UZORKA	34
SLIKA 35. UZDUŽNI PRESJEK JEDNOM PROVUČENOG UZORKA	34
SLIKA 36. POPREČNI PRESJEK DVA PUTA PROVUČENOG UZORKA	35
SLIKA 37. UZDUŽNI PRESJEK DVA PUTA PROVUČENOG UZORKA	35
SLIKA 38. POPREČNI PRESJEK TRI PUTA PROVUČENOG UZORKA	36
SLIKA 39. UZDUŽNI PRESJEK TRI PUTA PROVUČENOG UZORKA	36
SLIKA 40. TVRDOMJER PMT3	38
SLIKA 41. OTISAK KUGLICE U UZORKU ZA UTVRĐIVANJE TVRDOĆE PO BRINELLU,	39
SLIKA 42. UZORCI SA V ZAREZOM PRIJE ISPITIVANJA ŽILAVOSTI	41
SLIKA 43. UZORAK NAKON ISPITIVANJA ŽILAVOSTI	41

Popis tablica

TABLICA 1. NAČINI ROTACIJE UZORKA OVISNO O BROJU PROLAZA [1]	14
TABLICA 2. PARAMETRI POSTUPKA BRUŠENJA.....	31
TABLICA 3. PARAMETRI POSTUPKA POLIRANJA.....	31
TABLICA 4. REZULTATI TVRDOĆE PO VICKERSU.....	38
TABLICA 5. REZULTATI TVRDOĆE PO BRINELLU	40
TABLICA 6. VRIJEDNOSTI ISPITIVANJA ŽILAVOSTI	42

Popis oznaka

Oznaka	Jedinica	Opis
<i>HV0.2</i>		Tvrdoća po Vickersu pri sili od 2 N
<i>HB</i>		Tvrdoća po Brinellu
<i>F</i>	N	Sila pritiska piramide (Vickers) ili kuglice (Brinell) kod ispitivanja tvrdoće
<i>D</i>	mm	Promjer kuglice kod Brinella
<i>d</i>	mm	Promjer otiska kuglice kod Brinella
<i>d1, d2</i>	μm	Duljine dijagonala kvadrata kod Vickersa

Sažetak

U radu je analizirana promjena mikrostrukture materijala primjenom ECAP (Equal channel angular pressing) postupka, kao i utjecaj te metode na mehanička svojstva materijala.

Uvodni dio dotiče se tehnologija intenzivne plastične deformacije, njihov razvoj kao i značenje u raznim granama industrije. Poblje se opisuje tehnologija ECAP-a, te se u eksperimentalnom dijelu navedenim postupkom obrađuju aluminijski uzorci te analiziraju dobivena svojstva. Na temelju dobivenih rezultata doneseni su zaključci o primjenjivosti te metode na aluminijske materijale.

1.) Uvod

Čovjek je od davnina proizvodio materijale sa vrlo sitnim česticama, često i bez svog znanja, ali se tek posljednjih četrdeset godina može jasno prepoznati promjena u istraživačkom i tehnološkom pristupu proizvodnji. Od početaka razvoja raznih tehnologija deformiranja metalnih materijala, ljudi su ustanovili da pravilna mikrostruktura i veličina zrna itekako utječu na njihova svojstva. Konvencionalni načini deformiranja sveprisutni su u industriji, ali se došlo do određenog kraja u smjeru poboljšavanja svojstava tim postupcima.

Nove tehnologije intenzivnog deformiranja s ciljem usitnjenja zrna su u sve većem razvoju i napretku te pokazuju veliki potencijal za proizvodnju materijala sa superiornim svojstvima.

Jedan od primjera tih tehnologija je ECAP (Equal channel angular pressing) koji je u okviru ovog rada detaljno opisan te pokazan njegov utjecaj na strukturu i mehanička svojstva aluminijske legure kao materijala koji nalazi široku primjenu u gotovo svim dijelovima industrije, znanosti i ostalim aspektima života.

2.) SPD tehnologija i postupci

2.1) Općenito o SPD

Severe plastic deformation (SPD) ili u prijevodu Intenzivna plastična deformacija je pojam koji opisuje skupinu tehnologija za obradu metala postupkom plastične deformacije koja uključuje vrlo velika naprezanja uzrokovana visokim pritiskom, a što rezultira visokom gustoćom nagomilanih dislokacija i jednolikom veličinom vrlo sitnih zrna (UFG) promjera manjeg od 500 nm, ili čak nanokristalnih (NC) struktura s promjerom manjim od 100 nm i to pri sobnim temperaturama [1].

Neke definicije SPD postupaka opisuju ga kao proces u kojem se visoko opterećenje primjenjuje bez značajne promjene u dimenzijama izratka [2].

Ovako visoki stupnjevi plastične deformacije mogući su višestrukim ponavljanjem SPD postupka na jednom uzorku kako bi se akumulirao njen ukupan iznos [3].

Razvoj načela na kojima se temelje SPD tehnike počivaju u radu P. W. Bridgman-a iz 1930. godine koji se bavio učincima visokog hidrostatskog tlaka i smične deformacije na mikrostrukturu metala, što mu je donijelo i Nobelovu nagradu za fiziku 1946 [2].

Materijalima za obradu plastičnom deformacijom (SPD) posvetio se veliki fokus u istraživanjima u posljednjih deset godina, budući da se tim postupkom mogu dobiti jedinstvena fizikalna i mehanička svojstva.

2.2) Vrste SPD postupaka

Neke od vrsta SPD postupka usitnjenja zrna i poboljšanja mehaničkih svojstava [4]:

- Istiskivanje kroz jednoliki kanal pod kutem (ECAP- Equal channel angular pressing)
- Torzija pod visokim pritiskom (HPT – High pressure torsion)
- Izmenično savijanje i ispravljanje (RCS - Repetitive corrugation and straightening)
- Višeosno sabijanje (MDF - Multi-directional forging)
- Istiskivanje sa uvijanjem (TE - Twist extrusion)
- Kalibracijsko valjanje (CAROL - Caliber rolling)

Istiskivanje kroz jednoliki kanal pod kutem (ECAP) je jedna od najvažnijih korištenih metoda intenzivne plastične deformacije (SPD).

Može se primijeniti za razne metale i legure da bi se dobila sitna zrna, a time dobra mehanička i fizikalna svojstva. Novija literatura pokazuje snažan rastući interes za istraživanja u području SPD tehnika, tj. generiranja sitnozrnate mikrostrukture [1].

2.3) SPD postupci

2.3.1) Trenutno stanje na području istraživanja

Pored toga što materijali sa vrlo sitnim zrnima posjeduju superiorna svojstva, njihovo prihvaćanje od strane industrije napreduje dosta sporo. To je također povezano sa činjenicom da bi uzorci koji bi se mogli koristiti u industrijskim ispitivanjima morali biti većih dimenzija, za što bi oprema i alati pri njihovoj proizvodnji morali biti puno veći i kompleksniji. Također, još uvijek nije jasno koja će se točno SPD metoda istaknuti kao najpodobnija za širu industrijsku primjenu [4].

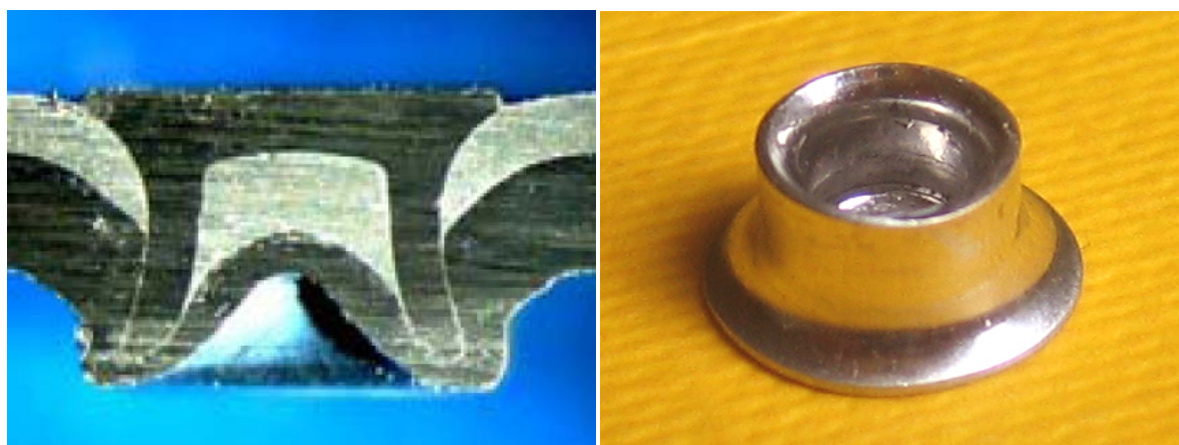
Sve ovo prati i zabrinutost oko ekonomske isplativosti koja zavisi od njihove potražnje na potencijalnom tržištu i proizvodnih troškova. Činjenica da metali obrađenim SPD postupcima imaju bolja mehanička svojstva u odnosu na iste u neobrađenom stanju daje im prednost kao strukturni materijali, prvenstveno za primjenu u autoindustriji. Međutim, u realnosti, visoki troškovi proizvodnje ih čine manje atraktivnim za masovnu proizvodnju [5].

2.3.2) Primjena SPD tehnologije

Komercijalizacija materijala dobivenih SPD postupcima trenutno privlači dosta pažnje zbog toga što je potencijal u ovoj inovativnoj grani veoma visok.

Među različitim postupcima koji se koriste za proizvodnju sitnozrnatih materijala, SPD procesi pokazuju potencijal za proizvodnju relativno velikih uzoraka pogodnih za industrijsku primjenu. Materijali sa vrlo sitnim zrnima vjerojatno će naći svoju primjenu u ekstremnim uvjetima ili tamo gdje su iznimno visoki zahtjevi za karakteristike materijala. Primjeri grana koje imaju takve zahtjeve su biomedicina, avio i svemirska industrija, sport i sektor energetike [4].

Na slikama 1. i 2. Prikazani su neki primjeri proizvoda izrađeni SPD tehnologijama.



Slika 1. Zakovica od Al6061 dobivena SPD tehnologijom [6]



Slika 2. „Sputtering targets“- dijelovi opreme za elektroindustriju od bakra i aluminija [6]

Legure titana se koriste zbog njihove visoke čvrstoće, niskog modula elastičnosti, dobre otpornosti na koroziju i dobre biokompatibilnosti [4].

Komercijalno čist titan ima još veću biokompatibilnost od legura titana, ali se zbog niže čvrstoće ne koristi za izradu dijelova koji su visoko opterećeni (Slika 3. i 4.).

Međutim, ako se komercijalno čist titan podvrgne SPD-u i dodatno termo-mehanički tretira, njegova granica razvlačenja može se izrazito povećati, što je usporedivo s granicom razvlačenja njegovih legura [5].



Slika 3. Dio konstrukcije zrakoplova od titan legure podvrgnute SPD-u [6]

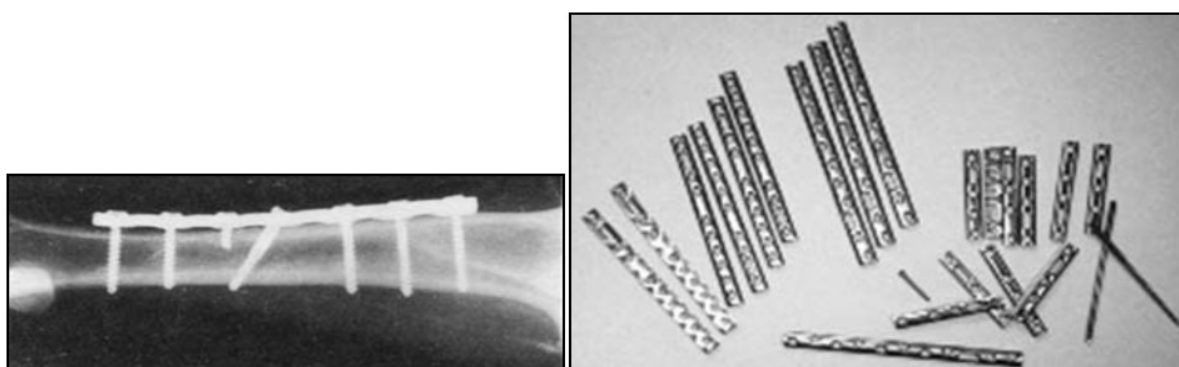


Slika 4. SPD postupkom obrađeni vijci od titana [2]

Komponente za medicinu još su jedan primjer kad zahtjev za visokim performansama nadilazi problem visokih troškova. Medicinski implantati napravljeni od sitnozrnatih metala još su jedan primjer primjene SPD tehnologije. U njih spadaju razni implantati, umjetni zglobovi, kao i razne trake (Slika 5.), šipke (Slika 6.), vijci i mreže koji se koriste u ortopediji [4].



Slika 5. Primjena u medicini- titanske perforirane trake [2]



Slika 6. SPD postupkom obrađene šipke primijenjene u medicini [4]

Dobre mehaničke osobine tako prerađenog materijala omogućuju primjenu i u dentalnoj medicini. Primjer su pričvrsni zubni vijci čiji se presjek može smanjiti sa 3,5 na 2,4 mm primjenom ovih tehnologija (Slika 7.) čime se vrijeme oporavka pacijenta nakon operacije skraćuje, a integracija implantata sa tijelom pacijenta ubrzava [4].



Slika 7. Vijci primijenjeni u dentalnoj medicini izrađeni ECAP-om [4]

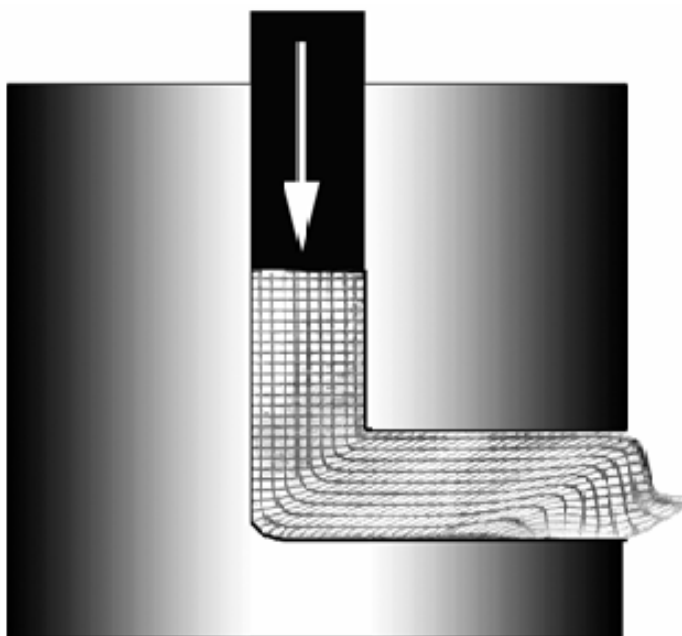
3.) Općenito o ECAP postupku

3.1) Teorijske osnove ECAP-a

ECAP je jedan od najčešće korištenih postupaka intenzivne plastične deformacije kojim se usitnjava mikrostruktura pri sobnoj ili povišenoj temperaturi, ovisno o vrsti materijala koji se obrađuje. Procesom se omogućuje postizanje intenzivne plastične deformacije na radnom komadu bez mijenjanja njegove ukupne geometrije. Proces djeluje unošenjem velikih smičnih naprezanja i to ponavljanjem koraka ekstruzije [2].

Proces ECAP je razvijen od strane V.M. Segal u bivšem SSSR-u sedamdesetih godina prošlog stoljeća. U početku proces nije bio prihvaćen, međutim dvadesetak godina kasnije metoda je našla širu primjenu. Tokom procesa istiskivanja moguće je dobiti izrazito sitna zrna a time i značajno bolja mehanička svojstva. Postignuti rezultati su omogućili da se ECAP primjeni u industrijskoj praksi. Taj je proces korišten za ostvarenje deformacije materijala bez promjene njegovih dimenzija [4].

Na slici 8. prikazana je deformacija uzorka u kalupu prilikom ECAP provlačenja.

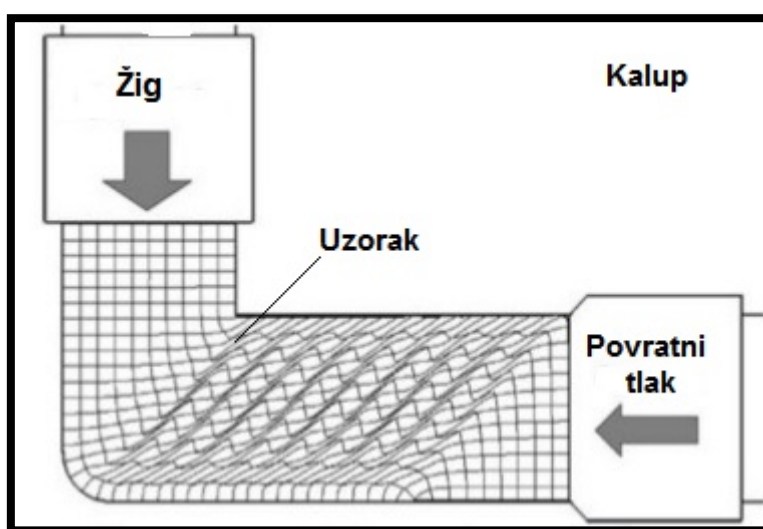


Slika 8. Prikaz ECAP postupka [4]

ECAP alat se sastoji od kalupa sa dva kanala identičnog poprečnog presjeka koji se međusobno sijeku pod pravim kutem.

Polazni materijal, koji ima poprečni presjek identičan sa kanalima alata, stavlja se u jedan kraj kanala i pritišće žigom dok ne izađe na drugi kraj uz obaveznu primjenu lubrikanta. Presjek može biti različitih oblika ali se u primjeni najviše koristi pravokutni i kružni.

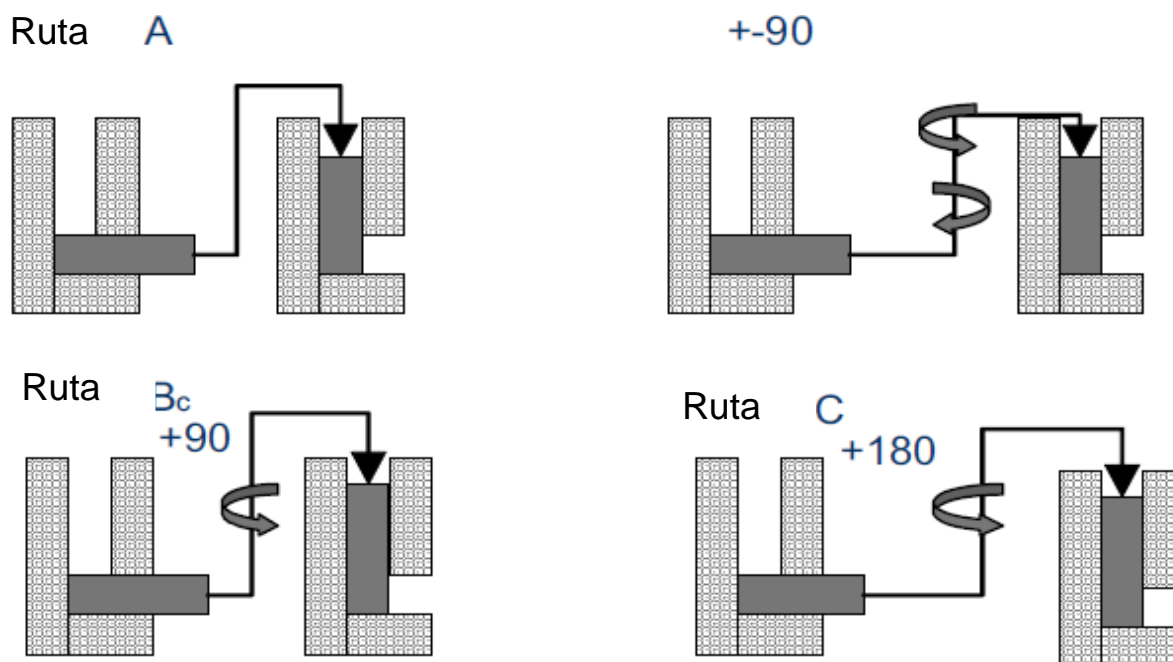
Jedna od varijanti ECAP postupka je i primjenom protupritiska, tzv. *Backpressure ECAP* (BP ECAP) pri kojoj se koristi povratni tlak na izlaznom kanalu ECAP kalupa (Slika 9.). Primjenom povratnog tlaka smične sile u materijalu djeluju pod povećanim tlačnim naprezanjem čime se dodatno smanjuje porozitet u materijalu a time utječe i na mehanička svojstva [13].



Slika 9. Primjer BP ECAP-a

Pri višestrukom istiskivanju istog uzorka, postoje mogućnosti razvoja različitih struktura i tekstura u istom materijalu, što se postiže izmjenom ravnina i pravca smicanja tokom istiskivanja. ECAP postupkom može se dobiti intenzivna i ravnomjerna deformacija nakon jednog prolaza bez redukcije početnog poprečnog presjeka.

Postoji nekoliko različitih ruta pri ponavljanju postupka. One se razlikuju u načinu na koji se uzorak rotira između svakog istiskivanja. Najčešće korištene su: (I) bez rotacije-A ruta, (II) rotiran za kut $+90^\circ$ -B_c ruta ili $\pm 90^\circ$ između svakog prolaza, te (III) rotacija za $+180^\circ$ između svakog istiskivanja (Slika 10.) [1].



Slika 10. Različite rute zakretanja uzorka pri ECAP-u [1]

Nadalje, postoje i razne varijante kombinacija ruta okretanja uzorka između provlačenja ovisno o broju provlačenja (Tablica 1).

Tablica 1. Načini rotacije uzorka ovisno o broju prolaza [1]

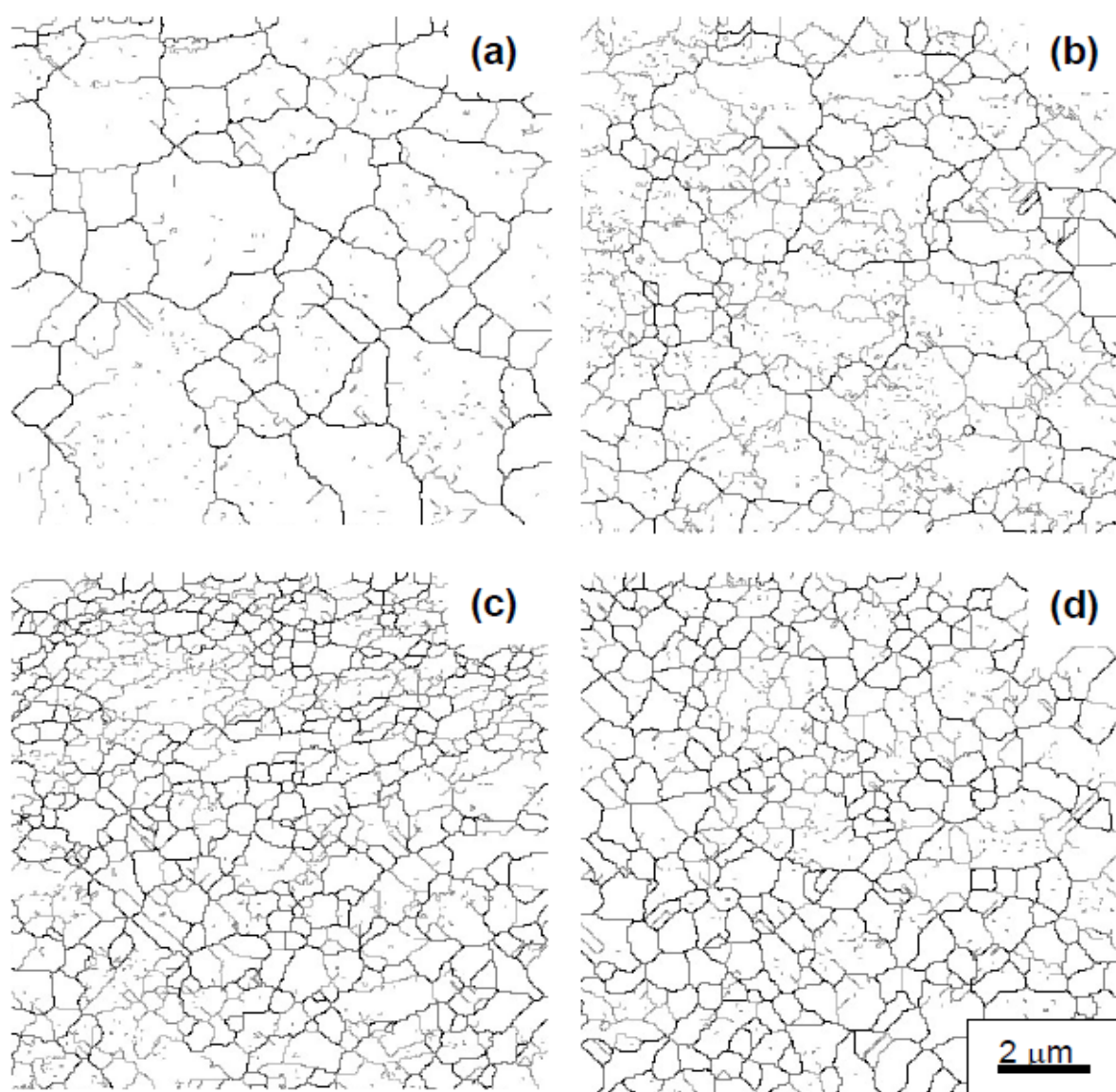
Ruta	Broj prolaza						
	2	3	4	5	6	7	8
A	0°	0°	0°	0°	0°	0°	0°
B _A	$90^\circ \curvearrowright$	$90^\circ \curvearrowleft$	$90^\circ \curvearrowright$	$90^\circ \curvearrowleft$	$90^\circ \curvearrowright$	$90^\circ \curvearrowleft$	$90^\circ \curvearrowright$
B _C	$90^\circ \curvearrowleft$	$90^\circ \curvearrowleft$	$90^\circ \curvearrowleft$	$90^\circ \curvearrowleft$	$90^\circ \curvearrowleft$	$90^\circ \curvearrowleft$	$90^\circ \curvearrowleft$
C	180°	180°	180°	180°	180°	180°	180°
B _A -A	$90^\circ \curvearrowright$	0°	$90^\circ \curvearrowleft$	0°	$90^\circ \curvearrowright$	0°	$90^\circ \curvearrowleft$
B _C -A	$90^\circ \curvearrowleft$	0°	$90^\circ \curvearrowright$	0°	$90^\circ \curvearrowleft$	0°	$90^\circ \curvearrowright$

Aluminij i njegove legure, bakar i titan su najviše upotrebljavani materijali u SPD-ECAP istraživanju [4].

3.2.) Svojstva materijala podvrgnutih ECAP-u

3.2.1) Struktura

Usitnjenje zrna može se postići ECAP-om za većinu metalnih materijala. Plastična deformacija metala uzrokuje redukciju veličine zrna koja pak osigurava bolja svojstva od onih dobivenih konvencionalnim postupcima hladnog oblikovanja i lijevanja. Dovoljno visok stupanj deformacije rezultira strukturama s promjerom zrna na mikrometarskoj skali, te se čak približava i nanometarskoj razini (Slika 11.). Mikrostruktura metala i legura značajno utječe na čvrstoću materijala. Konačna veličina zrna materijala ovisi o materijalu i parametrima obrade [2].



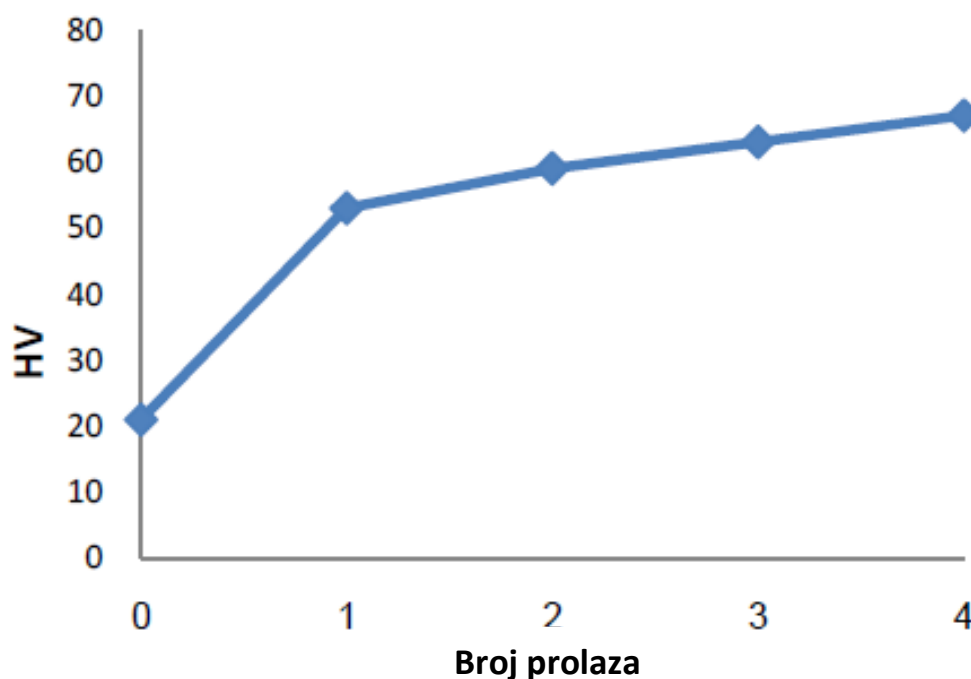
Slika 11. Promjena veličine zrna u Al-7034 leguri uslijed ECAP-iranja [9]

a) Polazno stanje b) Nakon 1 prolaza c) Nakon 3 prolaza d) Nakon 5 prolaza

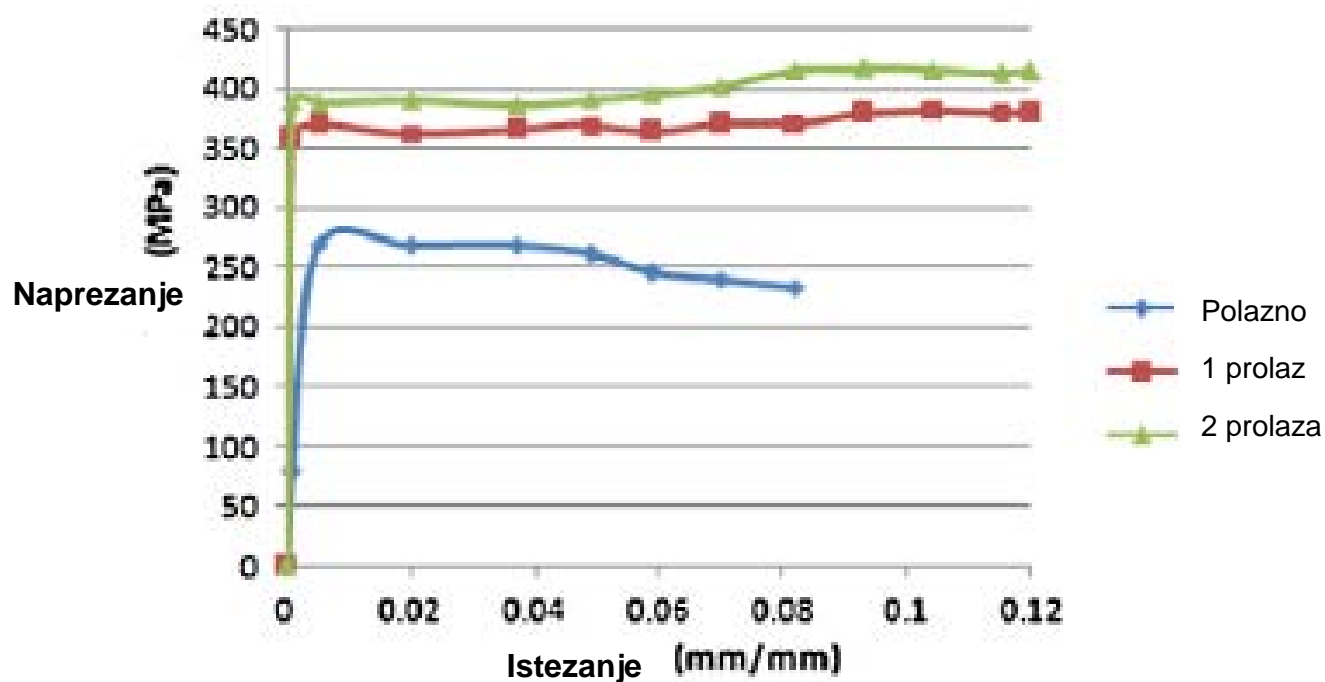
3.2.2) Mehanička svojstva

Primijećeno je da materijali s vrlo sitnim zrnima pokazuju visoku tvrdoću i visoku čvrstoću. Također, kako se veličina zrna snižava na nano razinu, tvrdoća obično povećava. ECAP-om obrađeni materijali također imaju visoku otpornost na trošenje i umor materijala. S obzirom da se metodom značajno usitnjuje zрно, a time ostvaruje znatno povećanje tvrdoće i čvrstoće materijala, otvara se mnogo prostora za istraživanje kako bi se u potpunosti dobio uvid u jedinstveno ponašanje tih materijala [2].

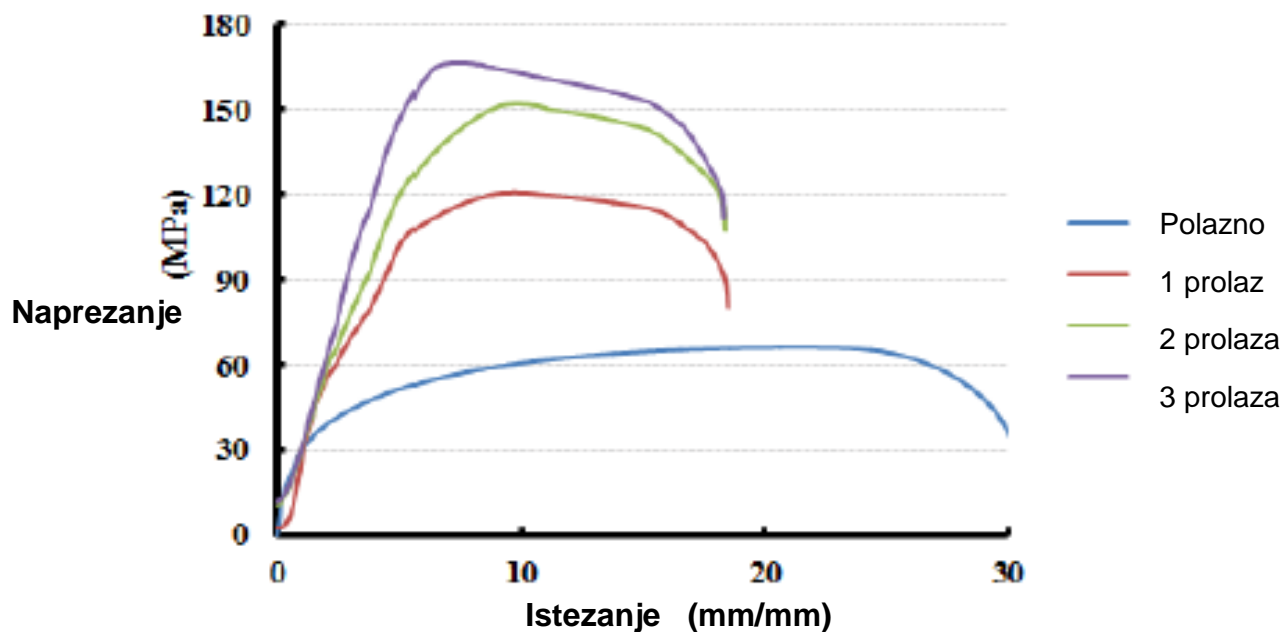
Na slici 12. prikazana je promjena tvrdoće aluminija prilikom više provlačenja ECAP postupkom, a na slikama 13. i 14. dijagrami naprezanje-istezanje za čisti aluminij i njegove legure uslijed istog postupka.



Slika 12. Promjena tvrdoće aluminija ovisno o broju provlačenja ECAP-om [10]



Slika 13. Dijagram naprezanje-istezanje aluminijeve legure s obzirom na broj prolaza kod ECAP-a [10]



Slika 14. Dijagram naprezanje-istezanje čistog aluminija s obzirom na broj prolaza kod ECAP-a [10]

Sitnozrnati materijali podvrgnuti ECAP postupkom pokazuju superplastično ponašanje. U znanosti o materijalima superplastičnost podrazumijeva stanje u kojem se čvrsti materijal može deformirati više od uobičajenog, obično više od 200% (i do 1000%) u jednoosnom vlačnom pokusu bez formiranja „vrata“ ili pojave unutarnjih šupljina na epruvetama [12].

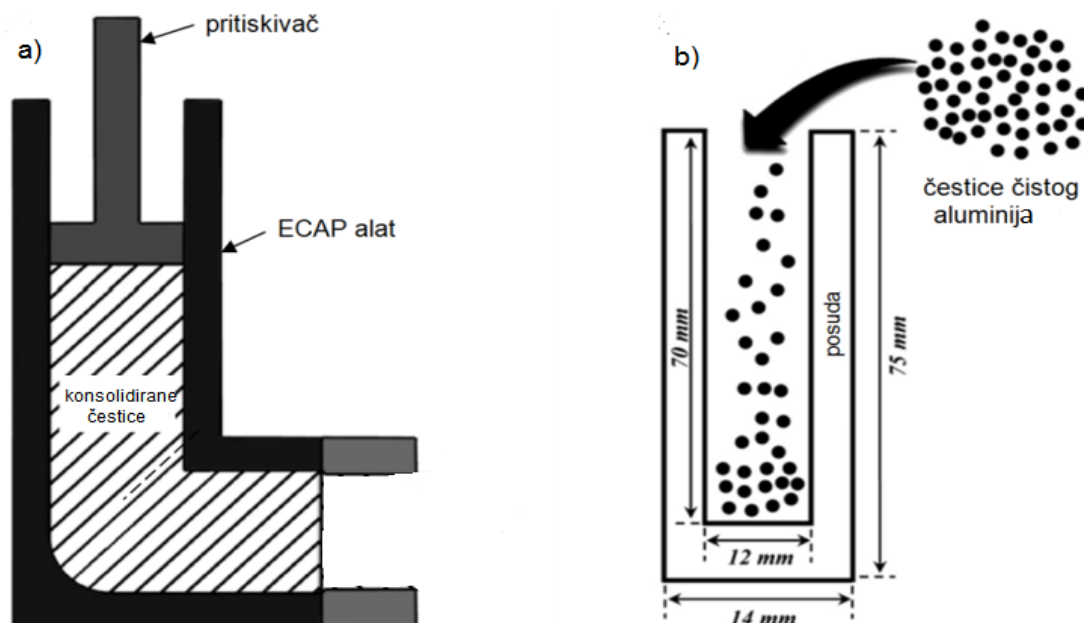
Kao što se veličina zrna pri ECAP-u smanjuje, temperaturu na kojoj se javlja superplastičnost se također smanjuje, a tlak potreban za pojavu superplastičnosti se povećava. Ovakvo ponašanje često se pojavljuje u finozrnatim i nano-kristalnim metalima i legurama kada su temperature niske i naprezanja velika [2].

Istraživanja pokazuju da je ECAP-om dobivena superplastičnost nekoliko komercijalnih legura na kojima su provedena ispitivanja poput Al-Cu-Zr, Al-Mg-Li, Al-Mg-Si i legure metalnog praha Al-3Fe [1].

4.) Razvoj ECAP tehnologije

Pored usitnjenja mikrostrukture materijala, ECAP postupak se može primijeniti i u metalurgiji praha kako bi se zaobišao problem visoke temperature neophodne za postizanje odgovarajuće gustoće obratka prilikom konsolidacije [4].

Na slici 15. prikazan je primjer upotrebe ECAP-a za konsolidiranje praha čistog aluminija u metalurgiji praha.



Slika 15. Primjena ECAP tehnologije u metalurgiji praha: [1]

a) provlačenje kapsule sa česticama aluminija kroz ECAP kalup

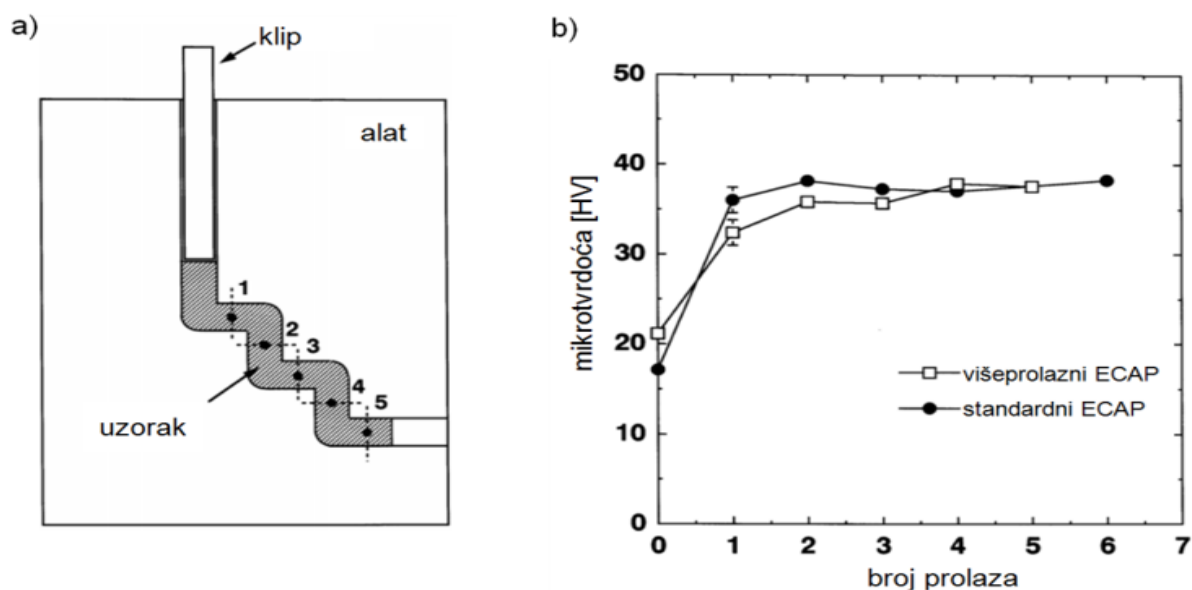
b) prikaz kapsuliranja čestica aluminija u metalurgiji praha

Mnoge su prednosti ECAP-a kao metode konsolidacije praha za proizvodnju aluminijских kompozitnih materijala ojačanih keramičkim česticama. Proces ima širok spektar parametara kao što je veličina čestica, vrsta ojačala, ruta istiskivanja, te brzina i dizajn kalupa koji se mogu posebno prilagoditi za dobivanje poželjnih svojstava finalnog proizvoda, kao što su tvrdoća, čvrstoća, otpornost na trošenje i slično [11].

Neki od primjera Al kompozita s keramičkim česticama proizvedeni ECAP tehnologijom su: Al-SiC, Al-Al₂O₃, Al-AlN, Al-ZrO₂, Al-SiO₂ [7].

Da bi ovaj način proizvodnje bio rasprostranjen kao jedna od industrijskih metoda za izradu metalnih kompozita, budući napor trebali bi biti usmjereni na automatizaciju procesa. Uglavnom bi se odnosili na geometriju kalupa tj. rotacije uzorka između prolaza za različite rute što bi ga učinile kontinuiranim procesom [7].

Primjer optimizacije ECAP metode kojom bi se izbjeglo zakretanje uzorka je ECAP alat s paralelnim kanalima koji posjeduju dvije smične ravnine kao i višestupanjski ili višeprolazni ECAP postupak (Slika 16.). Kao posljedica se javlja značajno smanjenje broja ciklusa prilikom formiranja sitnozrnate strukture [4].



Slika 16. Višestupanjski ECAP postupak: a) shema postupka, b) usporedba tvrdoće u odnosu na konvencionalni ECAP postupak [4]

4.1) Prednosti ECAP tehnologije

Primjena ECAP tehnologije ima dosta svojih prednosti: [4]

- postiže se ravnomjerna struktura i superiorna mehanička svojstva materijala
- postižu se visoke vrijednosti efektivne deformacije nakon jednog prolaza i visoka ukupna deformacija nakon više prolaza, bez promjene oblika poprečnog presjeka obratka u odnosu na pripravak
- formiranje specijalnih struktura i tekstura prilikom obrade uslijed precizne kontrole pravca smicanja i mogućnosti da se izmjeni ravnina smicanja za vrijeme višeprolazne obrade
- proces se može lako izvesti na standardnoj opremi za obradu deformiranjem poput preša koje ne zahtijevaju vrlo velike sile pritiska.

5.) Eksperimentalni dio

U eksperimentalnom dijelu rada ECAP postupak se primjenjivao na čistom aluminiju razreda 1100 u 3 prolaza. Između svakog prolaza se pratila promjena mehaničkih svojstava i mikrostrukture. Provlačenje se provodilo redom na svim epruvetama, te se nakon svakog od tri provlačenja na ostalim pripravicima provodila manja korekcija dimenzija, uklanjanje srha i nepravilnosti. Prilikom drugog i trećeg provlačenja priprava se zakretao za $+90^\circ$ (po ruti B_c)

5.1) Priprema uzorka

Povlačenje se izvodilo na preši pri sili od 400 kN i brzinom posmaka od 8mm/s što je ujedno i minimalna brzina ostvariva na korištenoj hidrauličkoj preši (Slika 17.).



Slika 17. Preša

Prije početka procesa se obavezno nanijelo sredstvo za podmazivanje u obliku masti tipa *Molub-Alloy 777-2* na bazi molibden disulfida preporučenog za ovu vrstu obrade metala (Slika 18.).



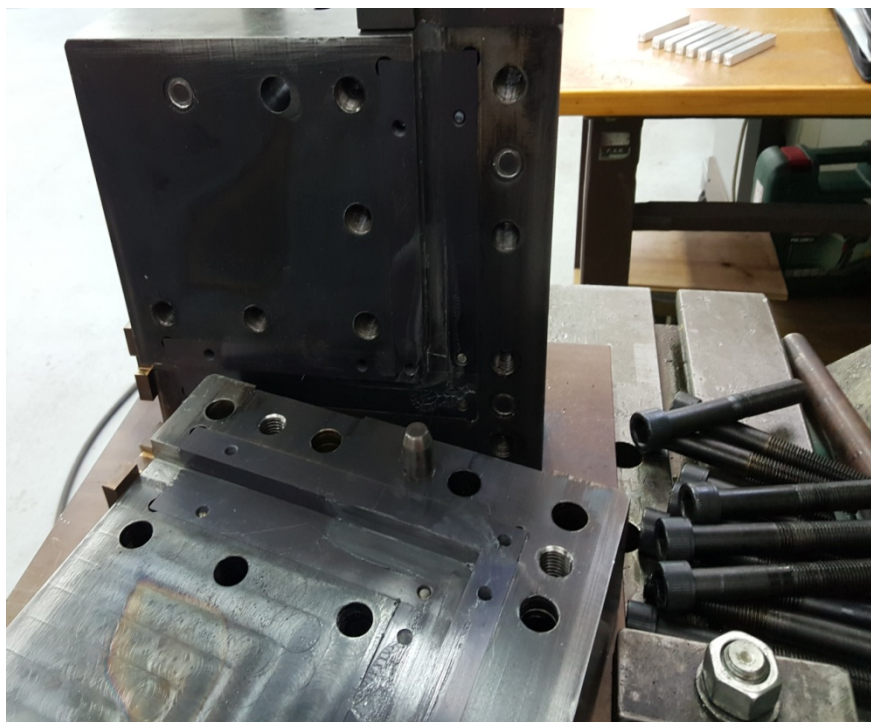
Slika 18. Sredstvo za podmazivanje

Za potrebe ispitivanja provlačenja ECAP postupkom koristili smo čisti komercijalni aluminij 1100 od kojeg su bili izrađeni uzorci jednakih dimenzija (11,9 x 11,9 x 100 mm) u 9 primjeraka (Slika 19.).



Slika 19. Neprovučeni uzorci

ECAP alat se sastoji od čeličnog kalupa s dva kanala pravokutnog poprečnog presjeka dimenzija 12 x 12 mm koji se sijeku pod kutem od 90° (Slike 20. i 21.).



Slika 20. Otvoreni ECAP kalup



Slika 21. Zatvoreni ECAP kalup

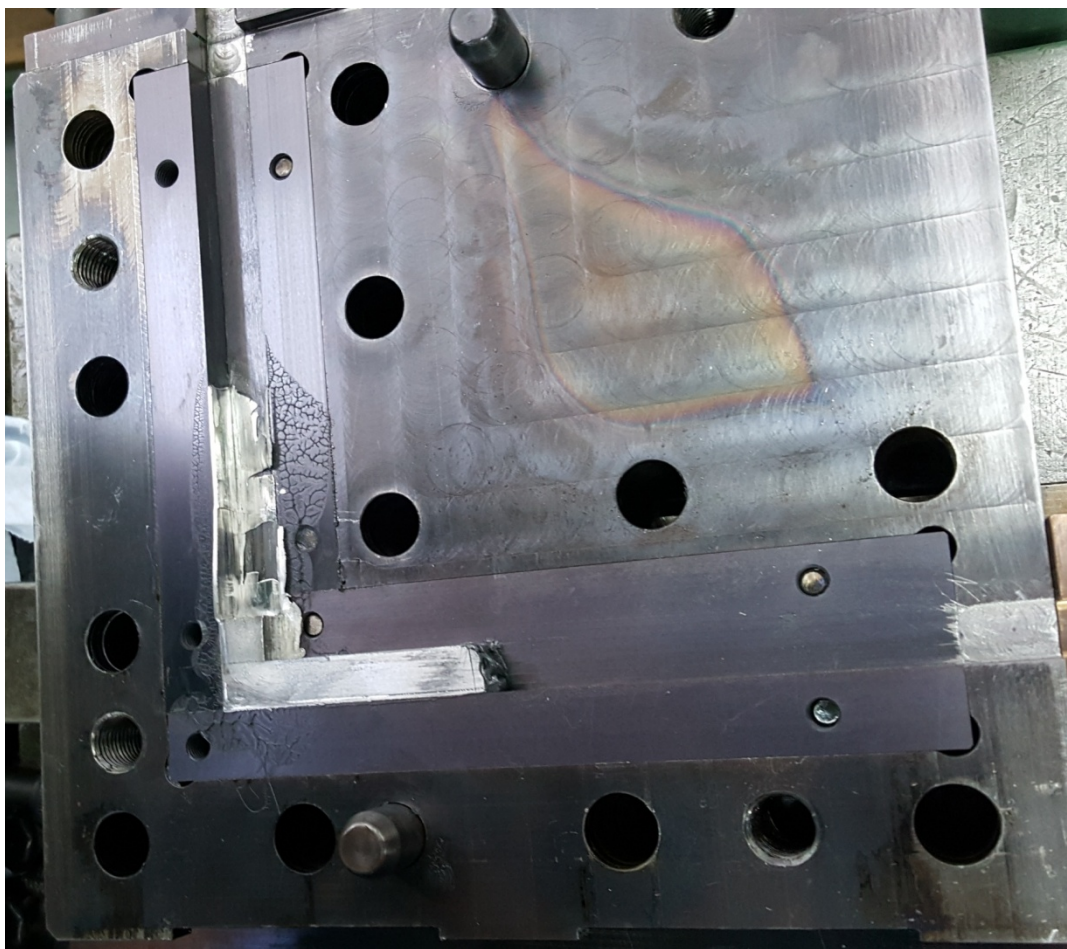
Žig koji je korišten za provođenje istiskivanja pripravka je četverostrana prizma izrađena od tvrdog metala dimenzija 11,9 x 11,9 x 30 mm (Slika 22.).



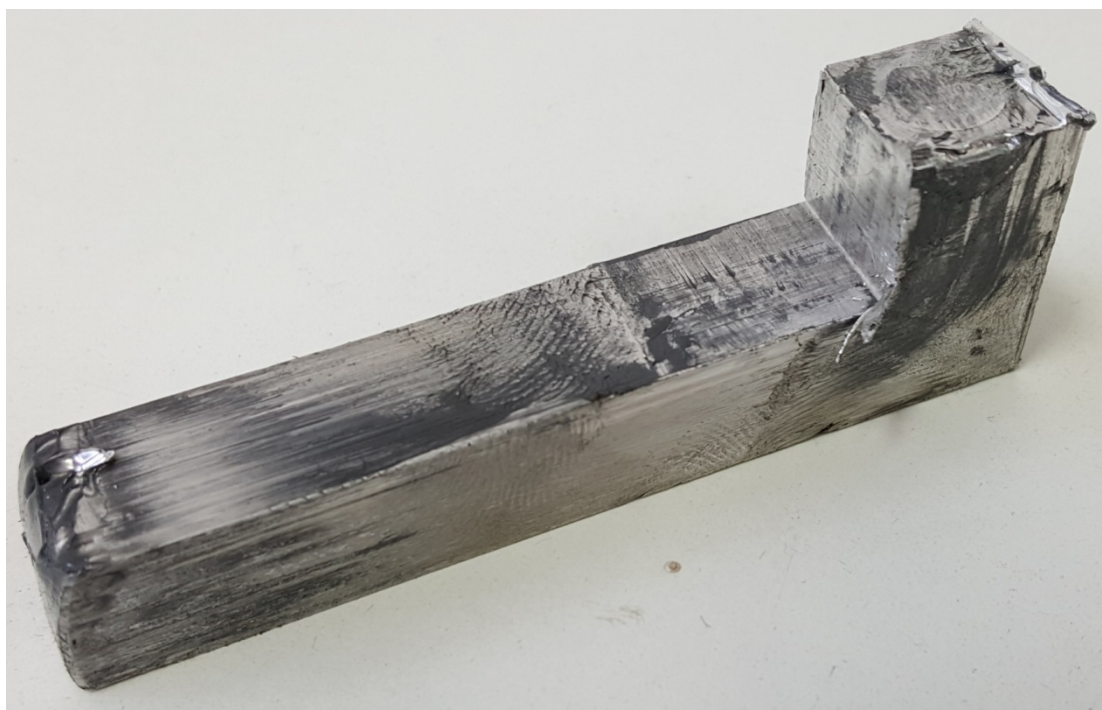
Slika 22. Žig

5.1.1) Prvo provlačenje

Nakon prvog provlačenja uzorka kalup se otvara, vadi se provučeni uzorak na kojem je ostao mali neprovučeni dio. Zbog razlike u dimenzijama kanala kalupa i žiga vidljivo je naljepljivanje uzorka na stjenke kanala uslijed provlačenja (Slika 23.).

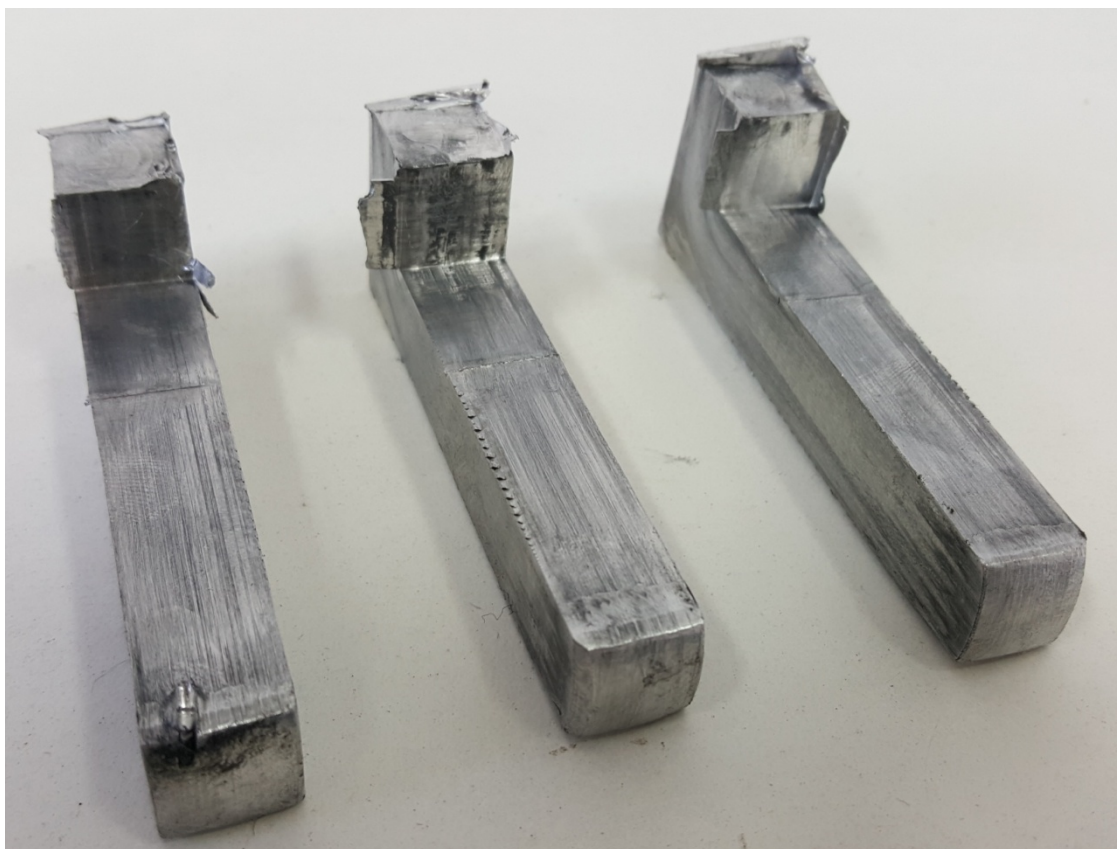


Slika 23. Uzorak u kalupu nakon prvog prolaza



Slika 24. Izgled uzorka nakon prvog prolaza

Tri od ukupno devet provučenih uzoraka (Slika 25.) se ostavljaju za analizu svojstava i mikrostrukture, dok se ostali pripremaju za drugo prevlačenje.



Slika 25. Uzorci nakon prvog prolaza

5.1.2) Drugo provlačenje

Nakon nužne strojne obrade, uzorci se postavljaju u kalup zakrenuti za 90° (prema ruti B_c) te se na njima provodi provlačenje s istim parametrima kao u prvom prolazu uz podmazivanje (Slika 27.).



Slika 26. Uzorci prije drugog prolaza



Slika 27. Postavljeni uzorak zakrenut po B_c ruti u kalupu

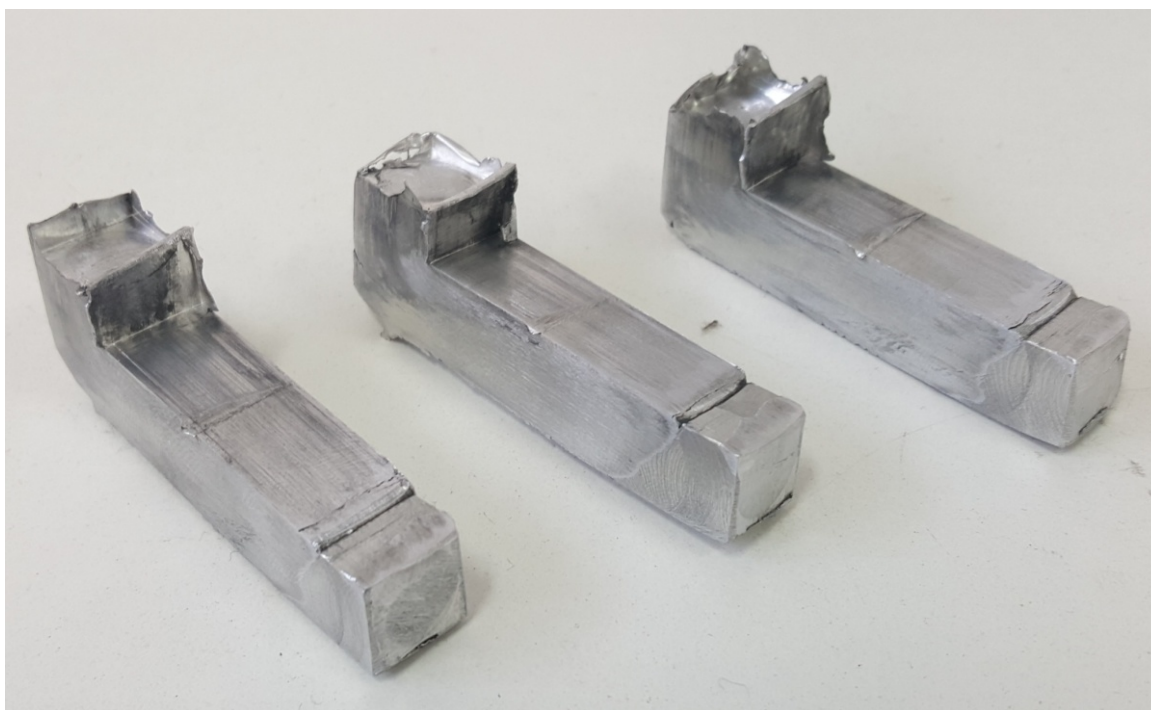


Slika 28. Uzorci nakon drugog prolaza

Ponovo se 3 uzorka ostavljaju za daljnju analizu dok se zadnja grupa uzoraka priprema za treću fazu provlačenja.

5.1.3) Treće provlačenje

Zadnje provlačenje uzoraka također se provodi po istim parametrima kao i prethodna dva uz podmazivanje. Uzorci se stavljaju u kalup zakrenuti za 90° te se kalup zatvara i provodi istiskivanje.



Slika 29. Uzorci nakon trećeg prolaza

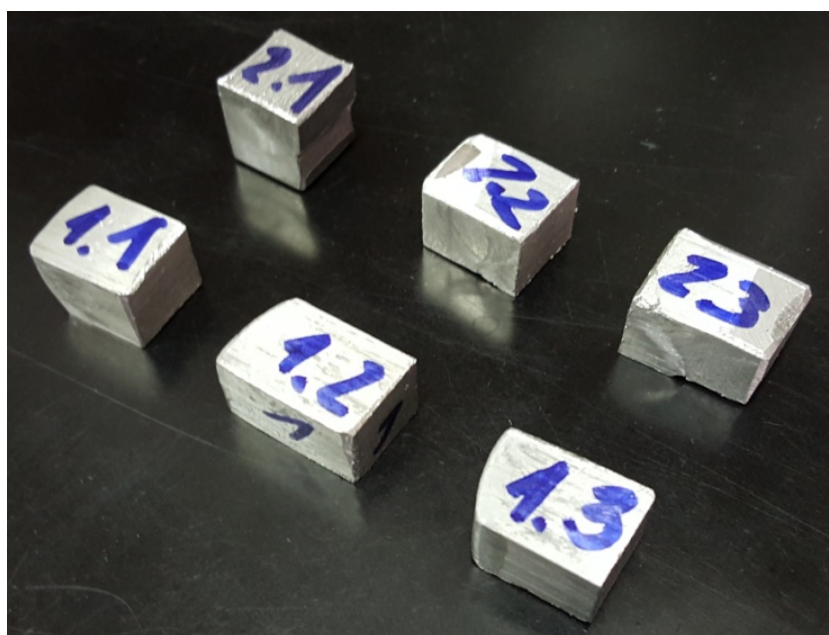
5.2) Analiza mikrostrukture

Analiza mikrostrukture provedena je u Laboratoriju za materijalografiju Zavoda za materijale na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Prije same analize mikrostrukture potrebno je bilo pripremiti uzorak.

Priprema uzorka se sastojala se od: izrezivanja uzorka, ulijevanja u polimernu masu, brušenja, poliranja i nagrivanja.

Izrezivanje

Prvi korak pripreme uzorka je izrezivanje uzorka. To je ujedno i najbitniji korak zbog toga što dio koji se izrezuje mora biti reprezentativan. Također je bitan i način izrezivanja, zbog povišenja temperature uslijed izrezivanja koje može izazvati promjene mikrostrukture. Uzorak je izrezan strojno uz vodeno hlađenje. Iz svakog uzorka izrezan je reprezentativni komad i to po poprečnom i uzdužnom smjeru (Slika 30.).

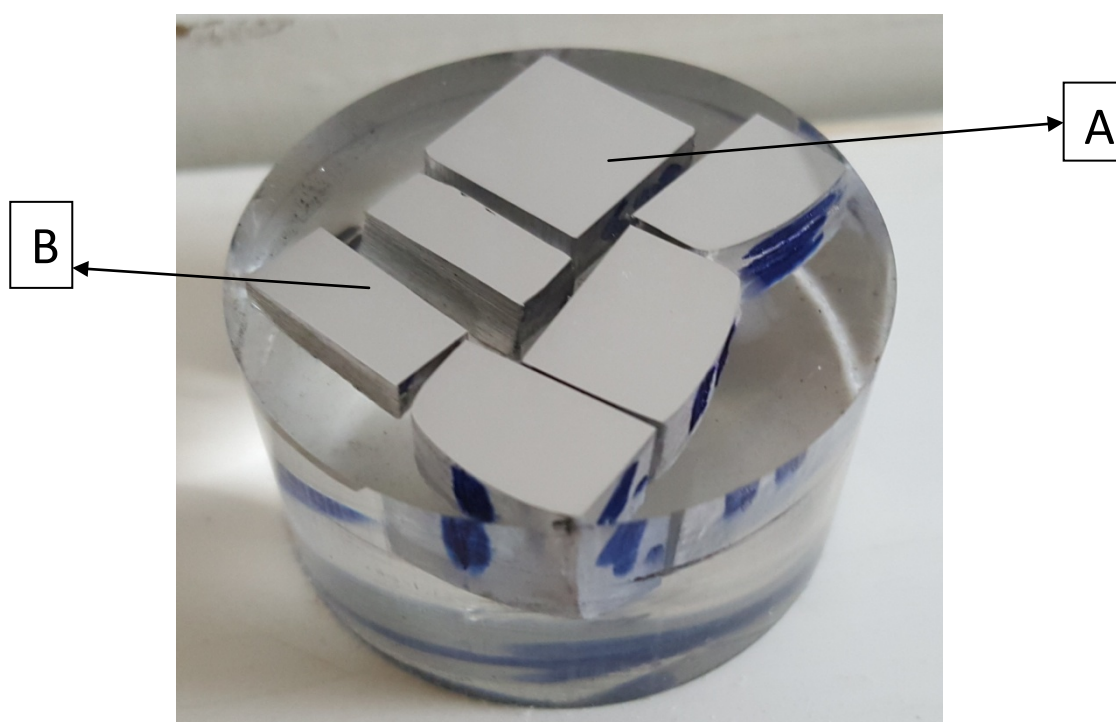


Slika 30. Izrezani uzorci

Ulijevanje

Uzorak se ulijeva s ciljem: zaštite, lakšeg rukovanja, analize rubova te postizanja uniformnog oblika za omogućavanje automatske primjene.

Zahtjevi za masu za ulijevanje su: što manja kontrakcija (istezanje), što bolja adhezija (prijanjanje), ista otpornost na abraziju kao i materijal, mogućnost poliranja. Uzorci su zaliveni metodom zalijevanja na toplo. Na slici 31. vidi se zaliveni uzorak.



Slika 31. Zaliveni uzorak: A-dio poprečnog presjeka provučenog pripravlka, B-dio uzdužnog presjeka

Brušenje

Brušenje je provedeno u tri stupnja na uređaju Phoneix Alpha GRINDER/POLISHER, proizvođača Buehler. Prije svakog stupnja brušenja uzorak je ispiran u vodi radi uklanjanja nečistoća od brusnog papira iz prethodnog brušenja. Nakon svakog stupnja uzorak je zakrenut za 90° i brušen sve dok tragovi prethodnog stupnja nisu uklonjeni. Parametri brušenja prikazani su u tablici 2.

Tablica 2. Parametri postupka brušenja

	I stupanj	II stupanj	III stupanj
Podloga	Brusni papir		
Abrazivne čestice	SiC		
Veličina abrazivnog zrna	P500	P1000	P2000
Hlađenje i podmazivanje	Voda		
Brzina vrtnje	150 o/min		
Sila pritiska	Ručna		
Vrijeme	Dok se ne uklone tragovi prethodnog stupnja		

Poliranje

Poliranje je postupak kojim se postiže glatka i sjajna površina. U poliranom stanju na mikroskopu moguće je vidjeti nemetalne uključke, pukotine i porozitet. Za razliku od brušenja kod poliranja su abrazivna zrna slobodna. Najčešće su u obliku paste ili spreja te se nanose na tkaninu pomoću koje se obavlja poliranje ili na sam uzorak. Poliranje je provedeno na uređaju DAP-W proizvođača Struers, parametri postupka su navedeni u tablici 3.

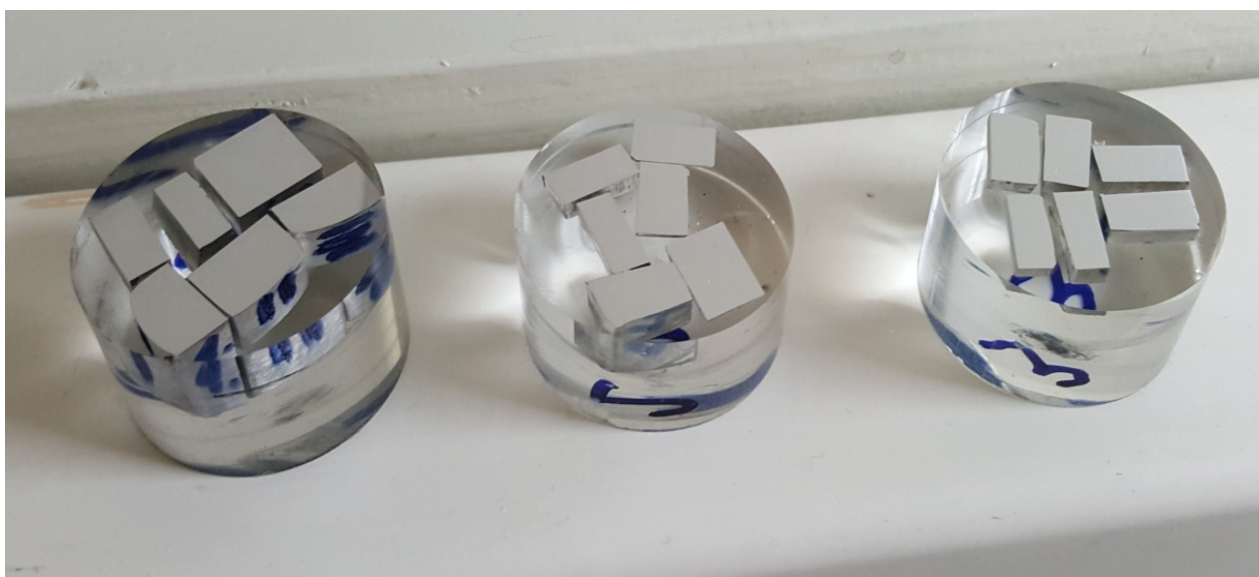
Tablica 3. Parametri postupka poliranja

Podloga	Abrazivne čestice	Hlađenje i podmazivanje	Brzina vrtnje	Sila pritiska	Vrijeme
Tkanina	Dijamantna pasta, 3 μ m	Lubrikant MetaDi fluid Dialub SW	150 o/min	25 N	5 min.

Nagrizanje

Nagrizanje polirane površine uzorka izvedeno je otopinom preporučenom za aluminij sljedećeg sastava:

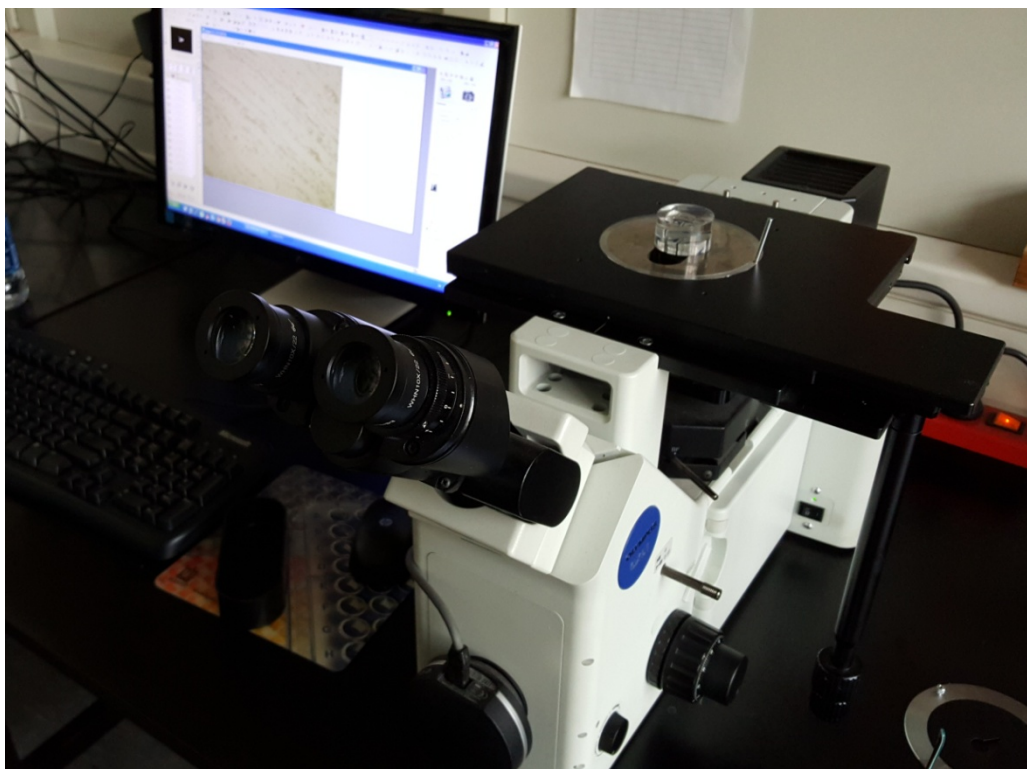
- 5 % HF
- 20% HNO₃
- 20% HCl
- Ostatak H₂O
- Vrijeme nagrizanja je 3 minute



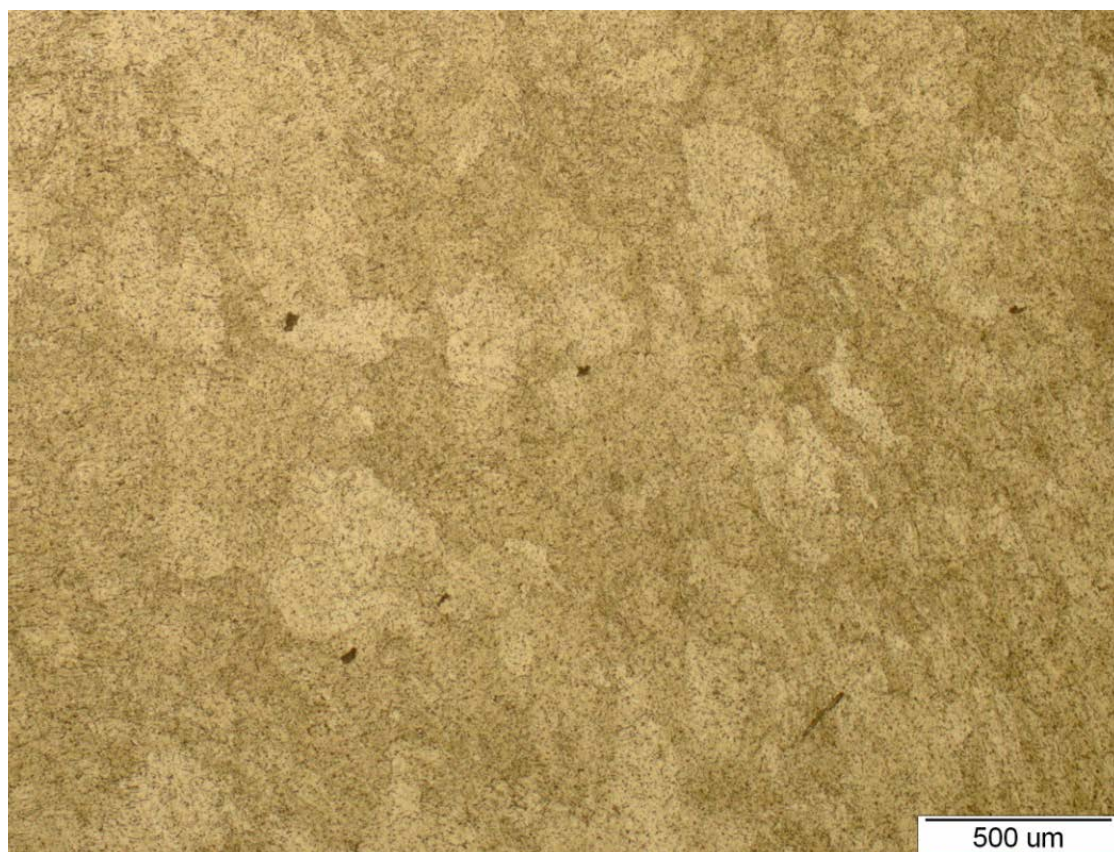
Slika 32. Pripremljeni i nagriženi uzorci

5.3) Analiza mikrostrukture

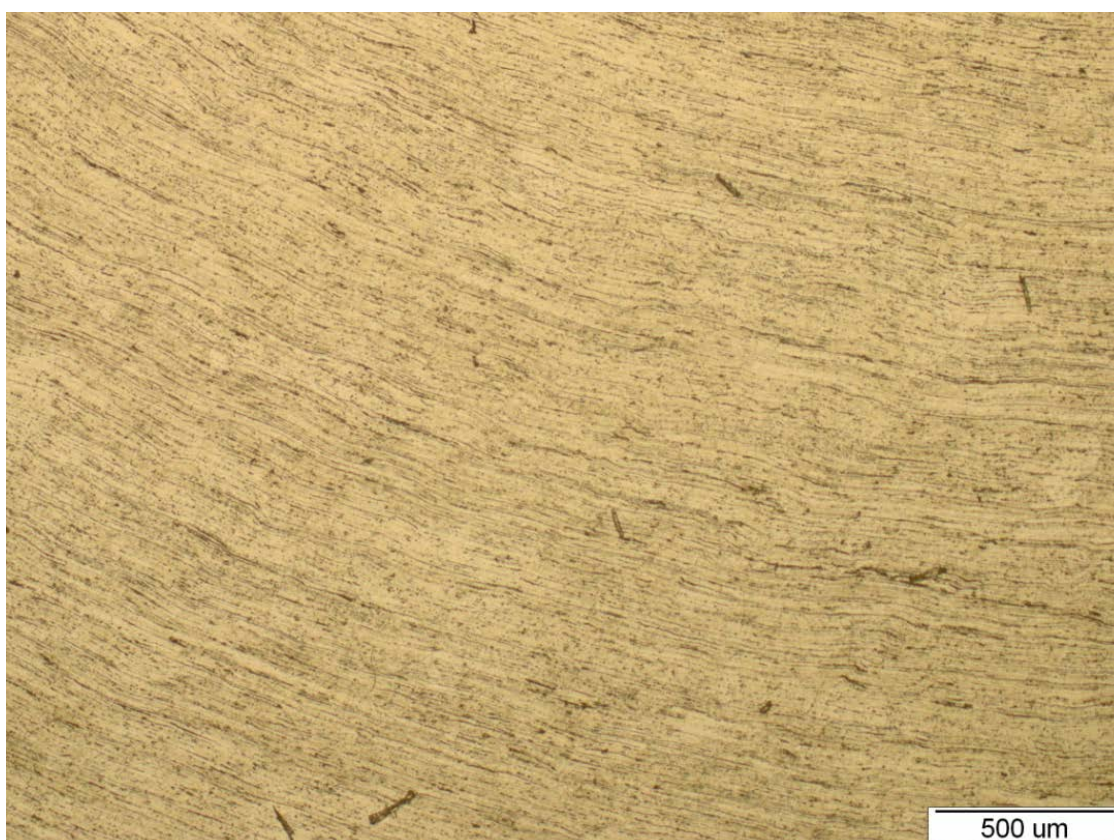
Analiza je provedena pomoću svjetlosnog mikroskopa OLYMPUS GX51 (Slika 33.) na uzorcima u poliranom i nagriženom stanju, te je snimljena mikrostruktura svakog uzorka u poprečnom i uzdužnom smjeru.



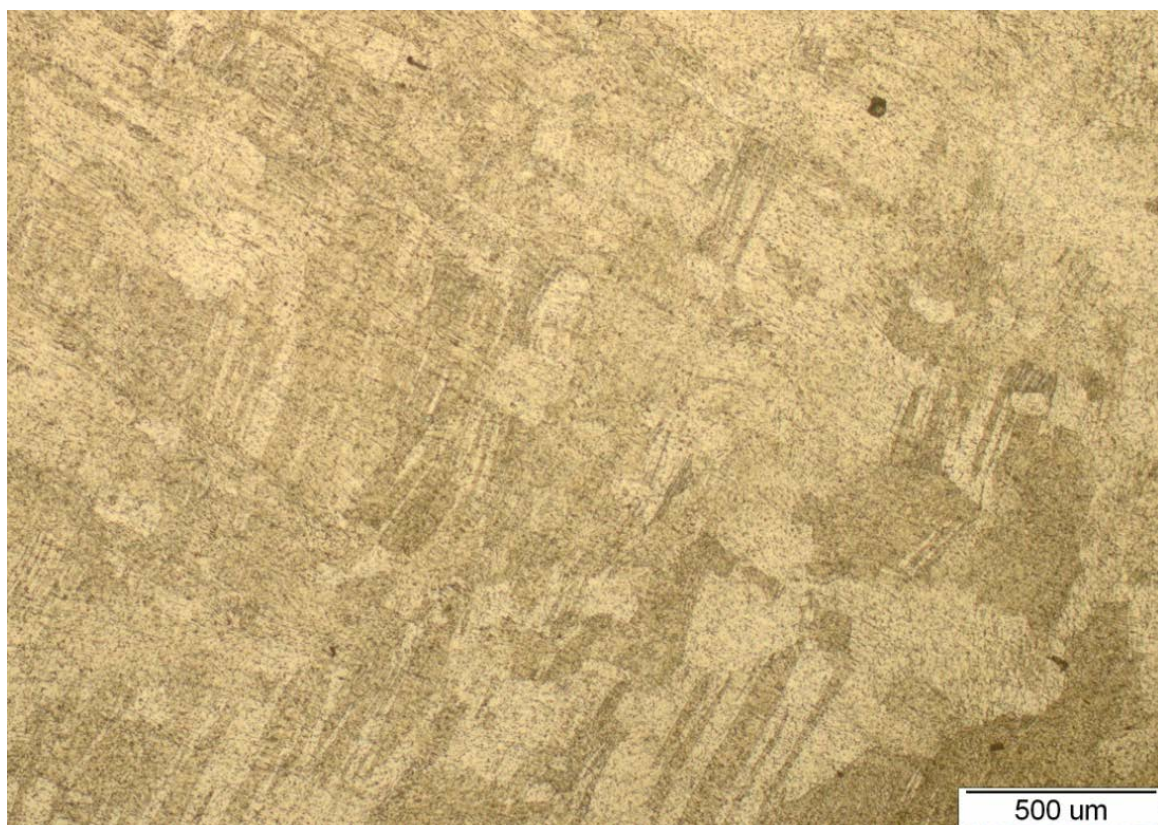
Slika 33. Svjetlosni mikroskop



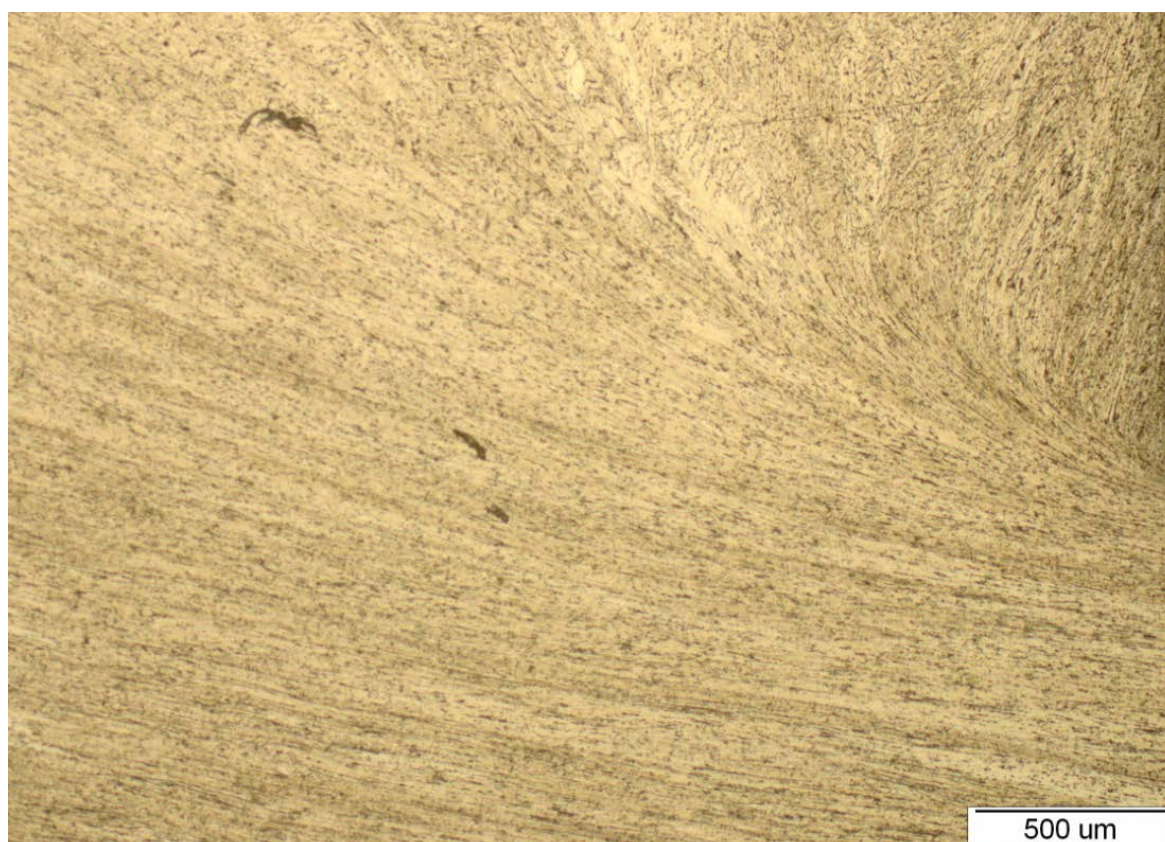
Slika 34. Poprečni presjek jednom provučenog uzorka, povećanje 50x



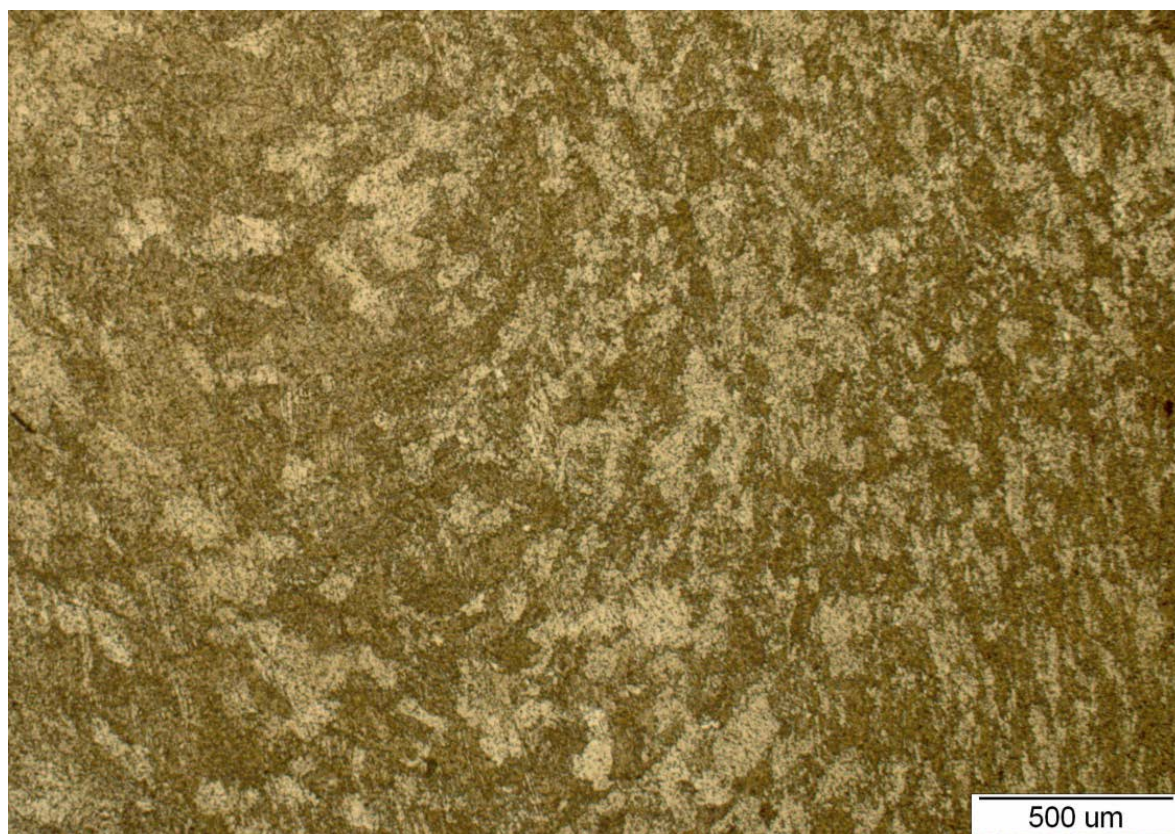
Slika 35. Uzdužni presjek jednom provučenog uzorka, povećanje 50x



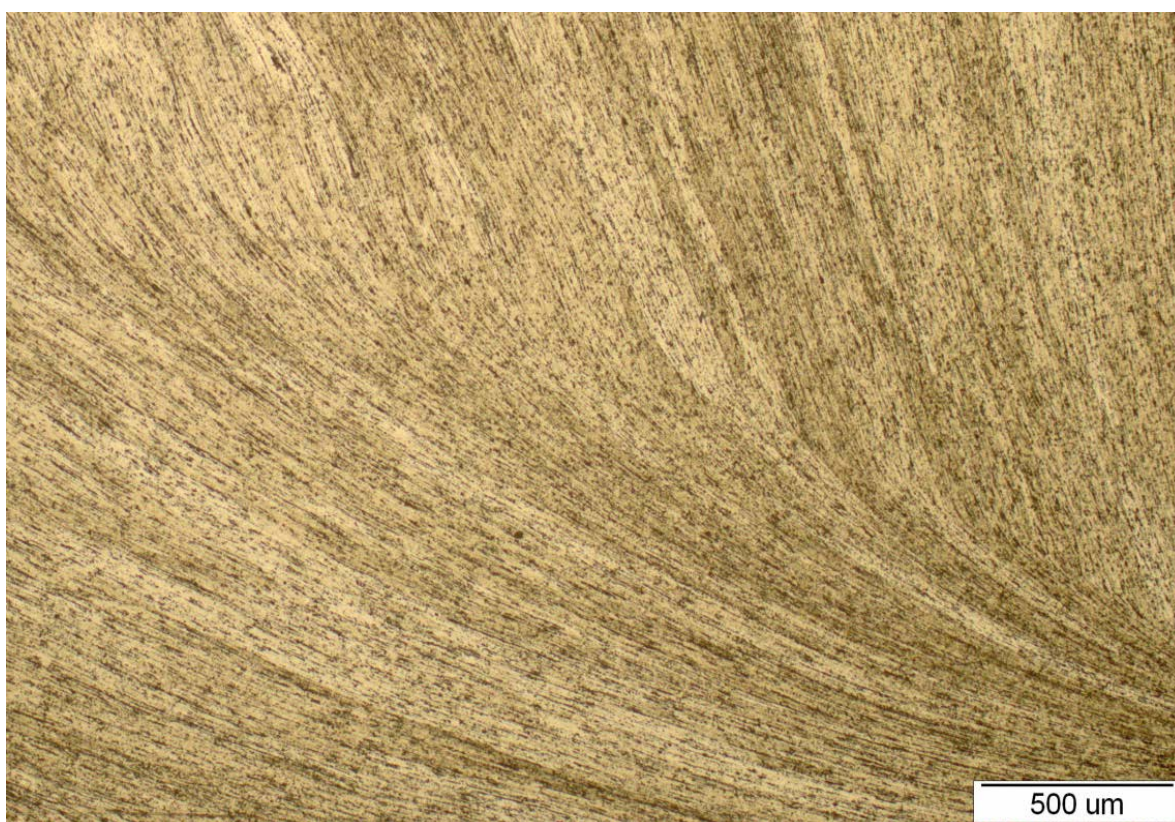
Slika 36. Poprečni presjek dva puta provučenog uzorka, povećanje 50x



Slika 37. Uzdužni presjek dva puta provučenog uzorka, povećanje 50x



Slika 38. Poprečni presjek tri puta provučenog uzorka, povećanje 50x



Slika 39. Uzdužni presjek tri puta provučenog uzorka, povećanje 50x

Analizom mikrostrukture utvrđena je očekivana evolucija mikrostrukture s obzirom na primijenjenu tehnologiju ECAP. Iako nije moguće vidjeti granice zrna a time i utvrditi konkretni intenzitet usitnjenja strukture vidljivo je njeno usmjeravanje koje u potpunosti odgovara smjeru smične deformacije. Također nisu uočene bilo kakve pogreške u relativno homogenoj strukturi, poput pukotina ili pora što potvrđuje kvalitetu odabranih parametara provlačenja. Analiza strukture u poprečnom presjeku također je u skladu s očekivanjima s obzirom da nisu uočljivi nikakvi defekti u strukturi a usmjerenost strukture nije prisutno s obzirom da se strukturu analizira u ravnini okomitoj na provlačenje.

5.4) Ispitivanje mehaničkih svojstava

5.4.1) Tvrdća

Tvrdća se ispitivala metodom po Vickersu HV0.2

Tvrdća po Vickersu (oznaka: HV) je mjera otpornosti što neki materijal pruža prodiranju dijamantne četverostrane piramide s vršnim kutem od 136° , opterećene nekom silom $F(N)$. Indentacija piramide daje otisak na površini uzorka u obliku kvadrata, ali zbog netočnosti rada, nesavršenosti uzorka i sličnog često je kvadrat iskrivljen pa se mjere obje dijagonale kvadrata (d_1 i d_2) i uzima srednja vrijednost [8].

Ispitivanje je provedeno na tvrdomjeru PMT3 (Slika 40.) u Laboratoriju za materijalografiju na ispitnim uzorcima sa po šest mjerenja po uzorku čije vrijednosti su prikazane u Tablici 4.

Vrijednost tvrdoće neprovučenog aluminija 1100 je 28 HV [14] i u ovom radu nije mjerena.



Slika 40. Tvrdomjer PMT3

Tablica 4. Rezultati tvrdoće po Vickersu

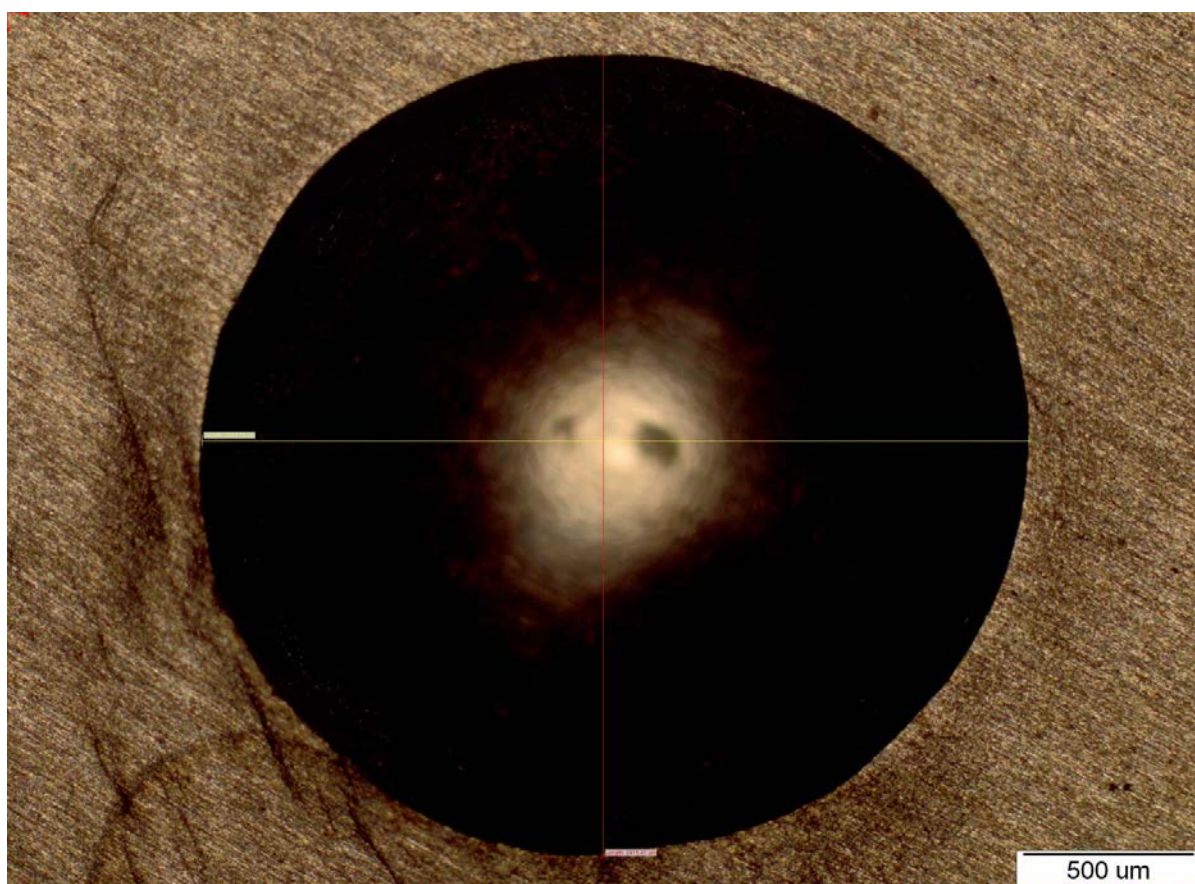
Broj uzorka	1 (jednom provučeni)	2 (dva puta provučeni)	3 (tri puta provučeni)
Rezultati tvrdoće (HV0.2)	52,6	46,1	64,5
	50,4	49	62,4
	46	55	62,3
	49,9	44,9	44,6
	50,7	63,5	60
	47,7	52,9	46,8
Σ	49,55	51,9	56,77

Rezultati ispitivanja tvrdoće prema Vickersu pokazuju određeni porast tvrdoće s povećanjem broja prolaza tijekom ECAP-iranja. Vrijednosti se ne mijenjaju ovisno o tipu presjeka pa su se uzimali pojedinačni rezultati mjerenja sa svakog uzorka. Usporedbom dobivenih vrijednosti s iznosom tvrdoće neprovučenog aluminija od 28 HV [14] vidimo značajni porast tvrdoće već nakon jednog provlačenja.

Kako bi se dodatno provjerio trend promjene tvrdoće s brojem prolaza, tvrdoća se dodatno ispitala alternativnom metodom, prema Brinellu.

Tvrdoća po Brinellu (oznaka: HB) je otpor što ga materijal pruža prodiranju zakaljane čelične kuglice promjera D (mm), tlačene silom F (N). U ispitivanom materijalu nastaje otisak u obliku kuglične kalote promjera baze d i dubine h (Slika 41.) [8].

Ispitivanje tvrdoće provodilo se na šest uzoraka, po 2 uzorka iz skupine s obzirom na broj provlačenja, te se djelovalo silom pritiska $F = 2500$ N, promjerom kuglice $D = 5$ mm i očitavala se vrijednost promjera otiska d . S tim vrijednostima računala se tvrdoća HB čije vrijednosti su prikazane u tablici 5.



Slika 41. Otisak kuglice u uzorku za utvrđivanje tvrdoće po Brinellu, povećanje 50x

Tablica 5. Rezultati tvrdoće po Brinellu

Broj grupe uzoraka	1 (jednom provučeni)	2 (dva puta provučeni)	3 (tri puta provučeni)
Rezultati tvrdoće (HB)	55,79	58,32	74,01
	59,14	63,01	71,14
Σ	57,47	60,67	72,58

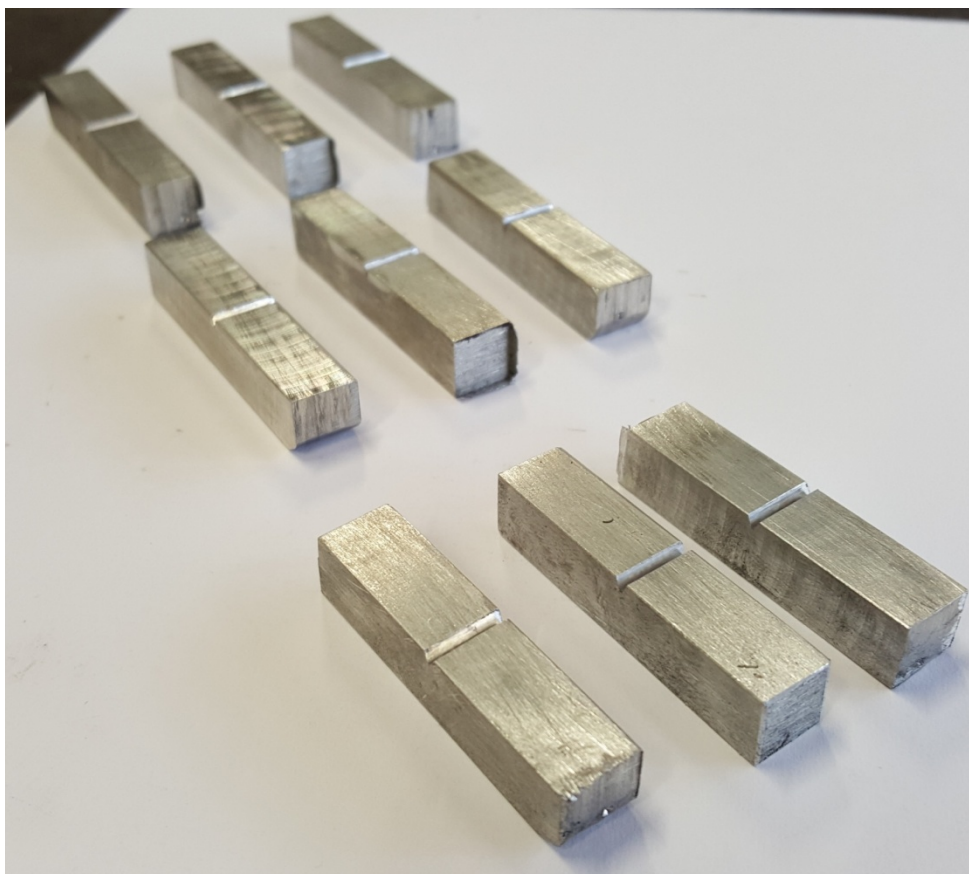
Kao i kod ispitivanja tvrdoće prema Vickersu, i nakon ove metode ispitivanja vidimo trend rasta tvrdoće s obzirom na povećanje broja prolaza.

5.4.2) Žilavost

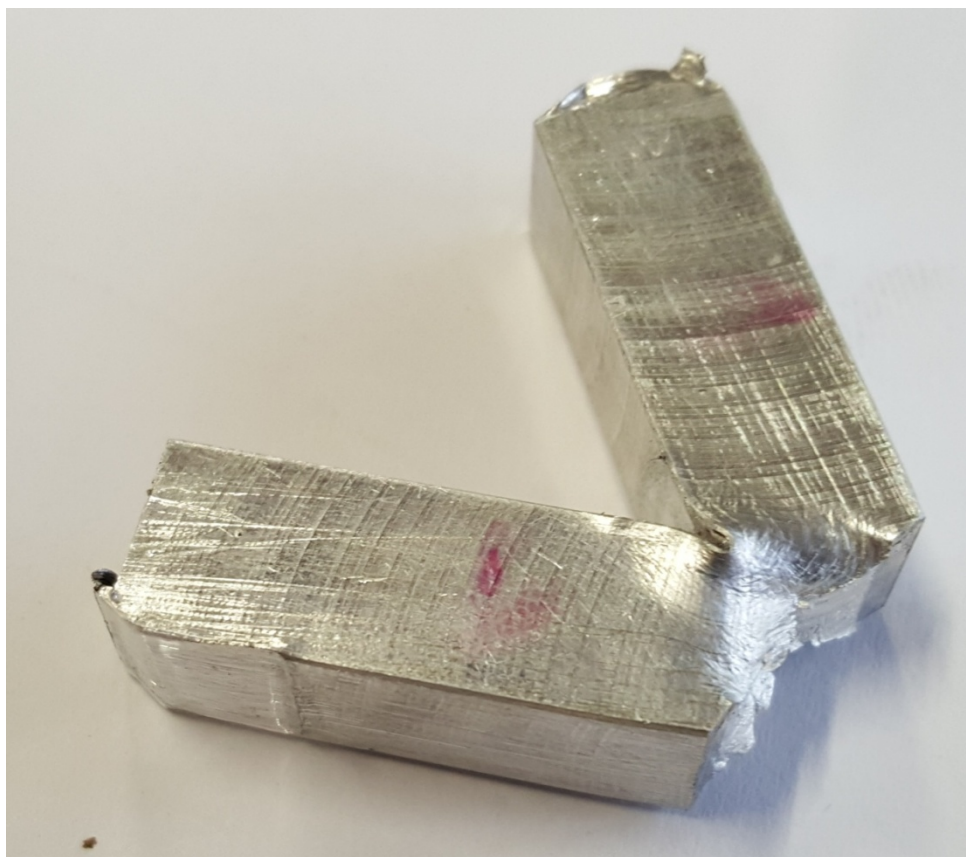
Charpyjev bat je uređaj za ispitivanje udarnog rada loma materijala, te se koristi kao mjera za žilavost materijala. To je metoda ispitivanja materijala razaranjem koja se dosta često koristi. Da bi se mogao koristiti Charpyjev bat potrebno je napraviti ispitni uzorak čiji su oblik, dimenzije i razmak oslonaca propisani standardom HRN EN 10025-1. Uzorci mogu biti izvedeni s V ili U zarezom [8].

Ispitivanje se izvodilo na 9 uzoraka, 3 uzorka po svakom broju provlačenja sa V zarezom od 45° (KV) kvadratnog poprečnog presjeka: (h x b x l) = (10 x 10 x 55) mm.

Vrijednosti dobivene nakon ispitivanja prikazane su u Tablici 6, a slike prije i nakon ispitivanja prikazane su na slikama 42. i 43.



Slika 42. Uzorci sa V zarezom prije ispitivanja žilavosti



Slika 43. Uzorak nakon ispitivanja žilavosti

Tablica 6. Vrijednosti ispitivanja žilavosti

Broj skupine uzoraka	1 (jednom provučeni)	2 (dva puta provučeni)	3 (tri puta provučeni)
Rezultati žilavosti (J)	103	74	68
	94	74	62
	76	76	70
Σ	91	74,67	66,67

Nakon ispitivanja vidljiv je pad vrijednosti žilavosti s obzirom na broj provlačenja; najniža vrijednost zabilježena je za uzorak provučen tri puta, a najveća za uzorak provučen jednom. Značajan je pad žilavosti ako se rezultati usporede sa neprovučenim Al 1100 koji ima vrijednost žilavosti oko 150 J [14].

6.) Zaključak

U navedenom radu pokazano je da se primjenom ECAP tehnologije mogu dobiti uzorci čistog aluminija provučeni tri puta po rutama zakretanja B_c bez oštećenja uzorka ili alata pri tako intenzivnom opterećenju. Metalografskom analizom je dokazano postignuće jednolike mikrostrukture bez defekata, poroziteta i pukotina u materijalu koja je izdužena u smjeru djelovanja smičnih naprezanja. Promjena veličine zrna nije analizirana u ovom radu.

Mehanička svojstva su također bila u skladu s očekivanim. Kod ispitivanja udarnog rada loma zabilježen je pad žilavosti sa ≈ 150 J od neprovučenog Al 1100 do vrijednosti od ≈ 66 J, što je posljedica očvrsnuća materijala uslijed deformiranja. U skladu s tim, tvrdoća materijala nakon jednog prolaza je iznosila ≈ 50 HV te se gotovo udvostručila u odnosu na neprovučeni Al 1100. Vrijednost tvrdoće postupno raste s povećanjem broja provlačenja, čime se ponovo dokazuje očvrsnuće materijala te slijedno tome i poboljšanje njegovih mehaničkih svojstava.

U daljnjim istraživanjima pažnju bi se trebalo posvetiti promjeni veličine zrna materijala primjenom ECAP postupka koja također bitno utječe na njegova svojstva. Nadalje, istraživanja se mogu provoditi i na nekim drugim vrstama aluminija i njegovih legura, kao i na toplinski obrađenim materijalima u sklopu razvoja ove obećavajuće tehnike primjenjive u raznim granama industrije.

7.) Reference

- [1] Jens Christofer Werenskiold- *Equal Channel Angular Pressing (ECAP) of AA6082: Mechanical Properties, Texture and Microstructural Development*, 2004.
- [2] Kazeem O. Sanusi, Oluwole D. Makinde, Graeme J. Oliver- *Equal channel angular pressing technique for the formation of ultra-fine grained structures*, 2012.
- [3] <http://www.totalmateria.com/> - *ECAP Part one*, 2015.
- [4] Univerzitet u novom Sadu - fakultet tehničkih nauka Dr. Marko Vilotić *Intenzivna plastična deformacija*, 2013.
- [5] R. Z. Valiev- *Developing SPD Methods for Processing Bulk Nanostructured Materials with Enhanced Properties*, 2001.
- [6] <http://www.iom3.org/fileproxy/299532>
- [7] Mateja Šnajdar Musa, Zdravko Schauerl- *ECAP – New consolidation method for production of aluminium matrix composites with ceramic reinforcement*, 2013.
- [8] <https://www.wikipedia.org>
- [9] Nong Gao, Marco J. Starink, Minoru Furukawa, Zenji Horita, Cheng Xu, Terence G. Langdon - *Microstructural evolution in a spray-cast aluminum alloy during equal-channel angular pressing*, 2005.
- [10] F. Al-Mufadi, F. Djavanroodi- *Finite Element Modeling and Mechanical Properties of Aluminum Proceed by Equal Channel Angular Pressing Process*, 2014.
- [11] R. Derakhshandeh. H, A. Jenabali Jahromi- *An investigation on the capability of equal channel angular pressing for consolidation of aluminum and aluminum composite powder*, 2011.
- [12] <https://www.fsb.unizg.hr/>- *Napredni postupci oblikovanja deformiranjem*
- [13] J. Bidulskáa, T. Kvačkaja, R. Kočiškova, R. Bidulskýb, M. Actis Grandeb, T. Doničć and M. Martikánc - *Influence of ECAP-Back Pressure on the Porosity Distribution*, 2010.
- [14] http://www.efunda.com/materials/alloys/aluminum/ID=AA_1100